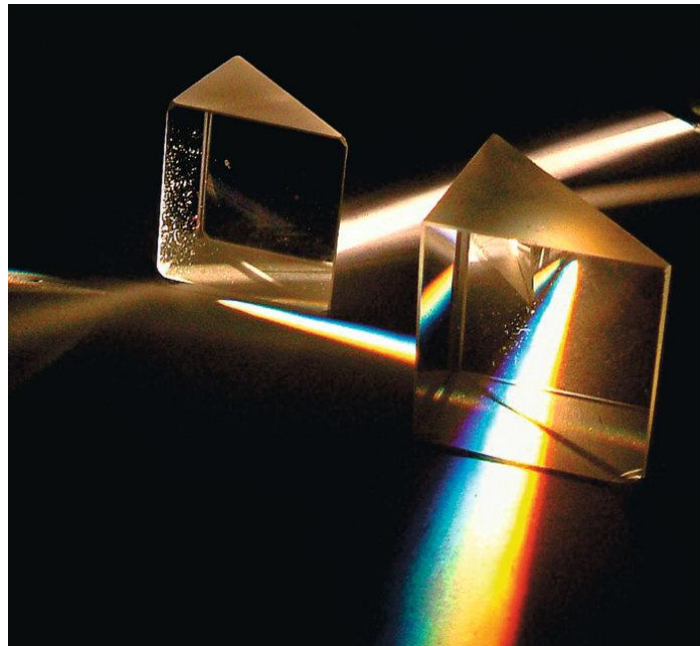




TECNICHE SPETTROSCOPICHE



Indice

- Cenni storici
- Radiazione elettromagnetica e interazione con la materia
- Principi generali di spettroscopia
- Spettroscopia di assorbimento (molecolare: UV-Vis, IR;
atomico: AAS)
- Spettroscopia di emissione atomica (ICP-AES)
- Spettroscopia di fluorescenza

Spettroscopia

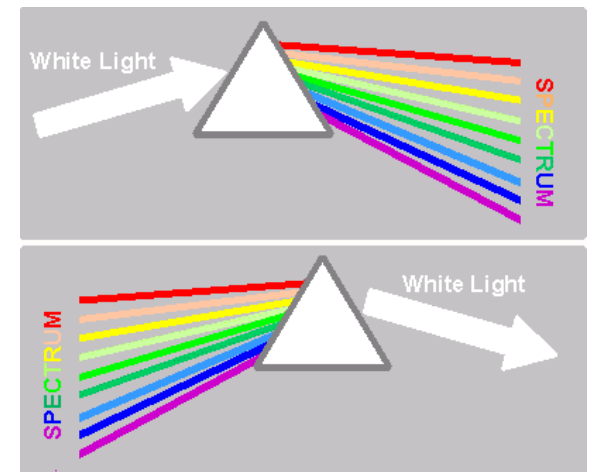
Le **tecniche spettroscopiche** si basano sull'**interazione tra la materia e le radiazioni elettromagnetiche**.

Le tecniche spettroscopiche, seppur estremamente diversificate, sono accomunate dal principio dell'emissione o dell'assorbimento delle radiazioni elettromagnetiche con conseguente generazione di spettri continui, spettri di bande o spettri di righe.

Ogni sostanza è in grado di emettere o assorbire particolari radiazioni di intensità dipendente dalla concentrazione della sostanza stessa.

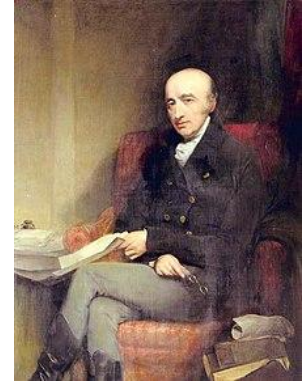
Nascita della spettroscopia

1704: **Isaac Newton** fu il primo ad intuire che la luce bianca è il risultato di una combinazione di fasci di luce colorati.

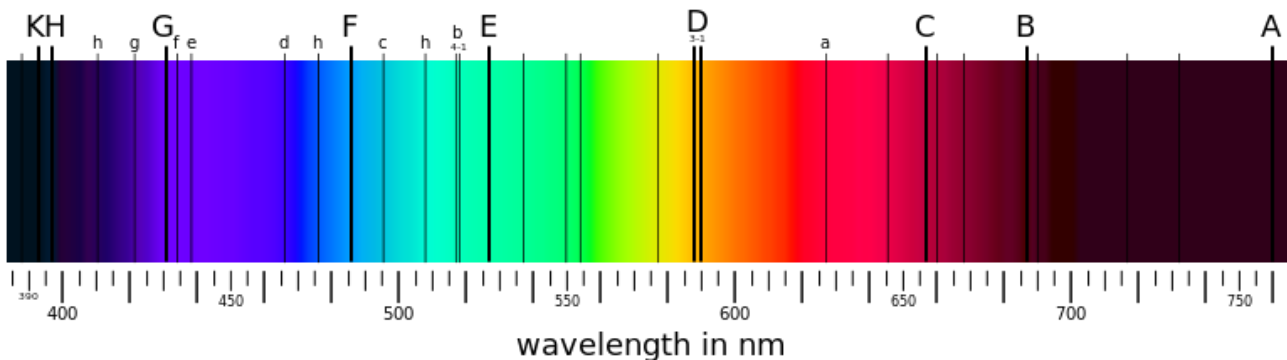


Nascita della spettroscopia

1802: il chimico inglese **William Hyde Wollaston** osservò la presenza di strette linee scure nello spettro continuo del Sole.

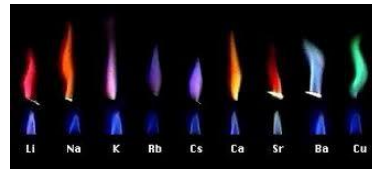


1814: l'ottico tedesco **Joseph von Fraunhofer** determinò oltre 500 linee di assorbimento nello spettro solare.

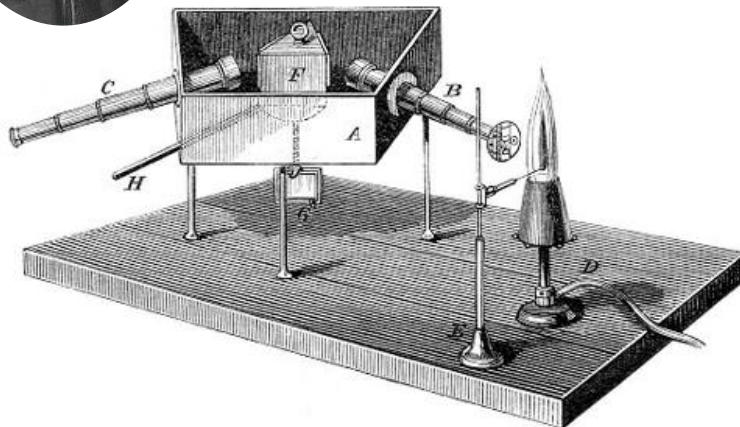


Nascita della spettroscopia

1859: il chimico e fisico tedesco **Robert Wilhelm Bunsen**, inventore del becco di Bunsen,



ed il fisico tedesco **Gustav Robert Kirchhoff** inventarono il primo spettroscopio da laboratorio e posero le basi dell'analisi spettroscopica.



- ogni riga spettrale è tipica della composizione dell'elemento che la emette/assorbe (spiegazione delle linee di Fraunhofer).
- possibilità di rilevare quantità estremamente piccole di sostanze.
- scoperta di nuovi elementi (es. cesio).

Tecniche spettroscopiche

Spettroscopia di emissione atomica (es. con fiamma, microonde, raggi X, plasma a radiofrequenza, laser, ecc.); Spettroscopia di assorbimento atomico (con fiamma o elettrotermica); Spettroscopia di fluorescenza atomica; Spettroscopia di assorbimento molecolare nel visibile, UV o infrarosso; Spettroscopia Raman; Spettroscopia a raggi X; Spettroscopia di risonanza magnetica nucleare, paramagnetica elettronica o di quadrupolo; Spettrometria di massa; ecc.



Radiazione Elettromagnetica

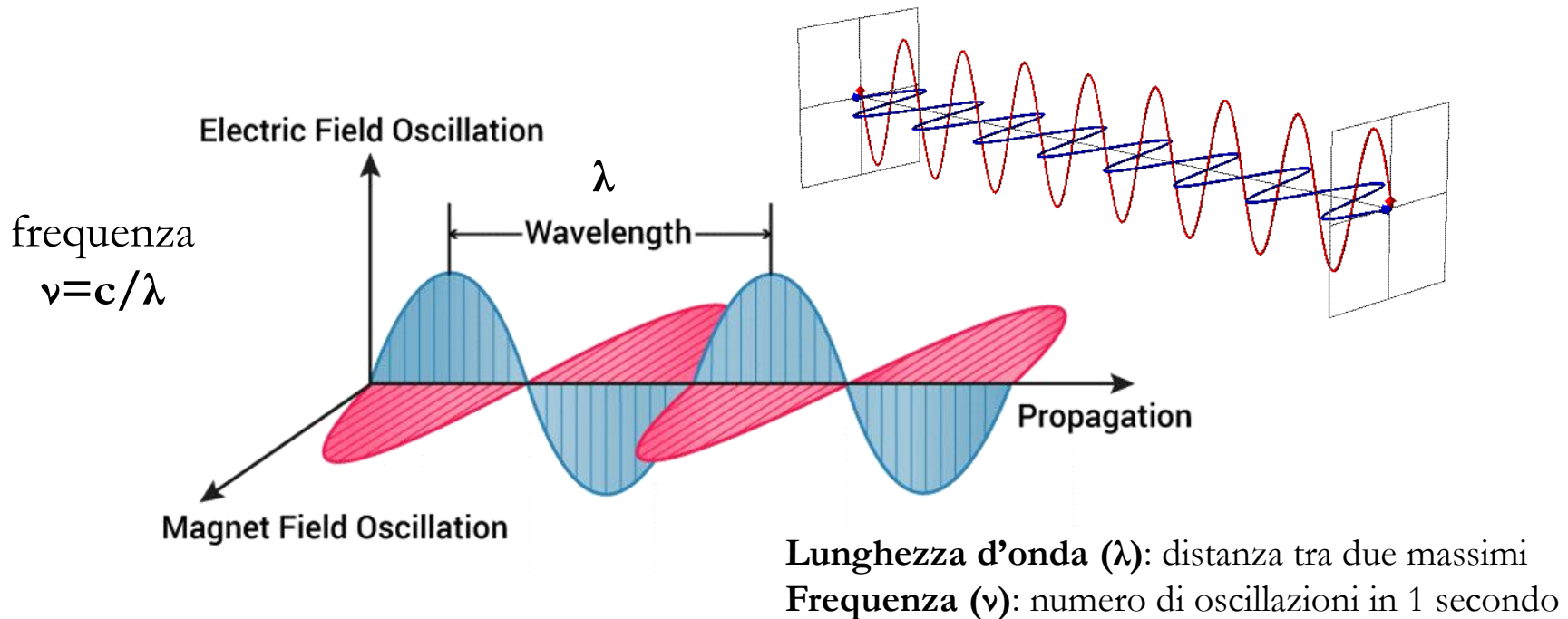
L'interazione della radiazione elettromagnetica con la materia è un fenomeno quantico, e dipende sia dalle proprietà della radiazione che dalla struttura del campione.

Dualismo onda-particella: secondo la meccanica quantistica, la radiazione elettromagnetica ha una doppia natura; essa possiede le proprietà di un'**onda** e di un **corpuscolo**.

Radiazione Elettromagnetica

Natura ondulatoria:

La radiazione elettromagnetica è composta da un vettore elettrico e un vettore magnetico tra loro perpendicolari, ciascuno dei quali oscilla su un piano perpendicolare alla direzione di propagazione.



Radiazione Elettromagnetica

Natura corpuscolare:

Una radiazione elettromagnetica consiste in “pacchetti discreti” di energia, chiamati fotoni. Il **fotone** è il quanto di energia della radiazione elettromagnetica. Possiamo considerare il fotone come una particella priva di massa che trasporta energia e che si muove nella direzione di propagazione dell’onda.

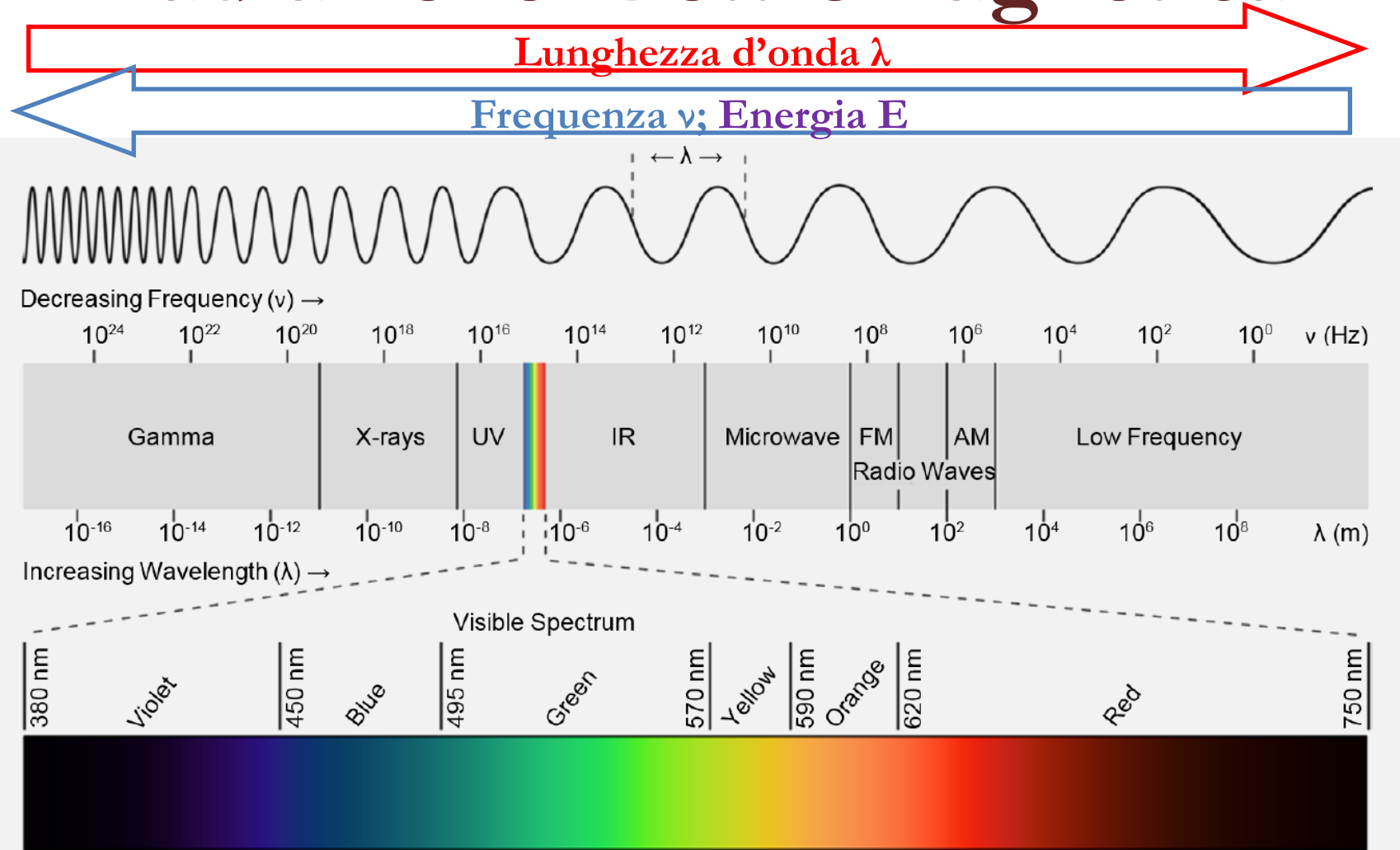
L’energia di un fotone, in joule, è legata a frequenza e lunghezza d’onda della radiazione elettromagnetica dalle seguenti equazioni:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

Diagram illustrating the equation $E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$ with labels and arrows:

- E : Energy (Joules)
- h : Costante di Planck ($6.626 \times 10^{-34} \text{ J s}$)
- ν : Frequenza (s)
- c : Velocità della luce ($3 \times 10^8 \text{ m/s}$)
- λ : Lunghezza d’onda (m)

Radiazione Elettromagnetica



Maggiore Frequenza (ν)

Minore Frequenza (ν)

Maggiore Energia (E)

Minore Energia (E)

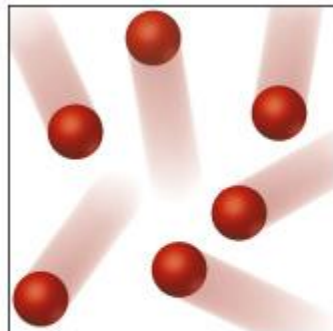
Minore lunghezza d'onda (λ)

Maggiore lunghezza d'onda (λ)

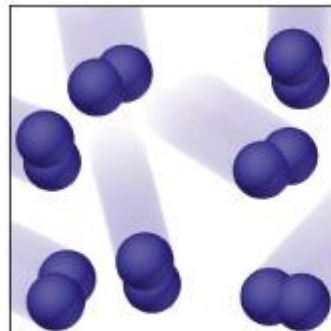
Proprietà della materia

La materia è organizzata in una serie di particelle: molecole, atomi, protoni, neutroni, elettroni. Tali particelle possono trovarsi in diverse condizioni strutturali e in diverse condizioni dinamiche. Ciascuna di queste condizioni definisce uno “**stato**” in cui gli atomi o le molecole possono trovarsi. I diversi stati sono caratterizzati da energie differenti.

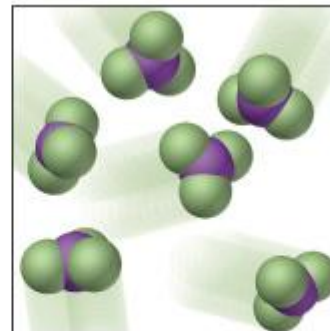
Atomi e molecole non possono scambiare col mondo circostante un qualsiasi quantitativo di energia, ma solo quei quantitativi discontinui detti **quanti di energia** corrispondenti alle differenze di energia tra i vari possibili stati.



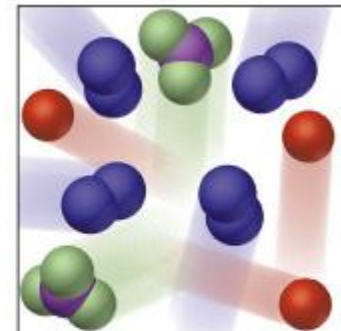
(a) Atoms of an element



(b) Molecules of an element



(c) Molecules of a compound



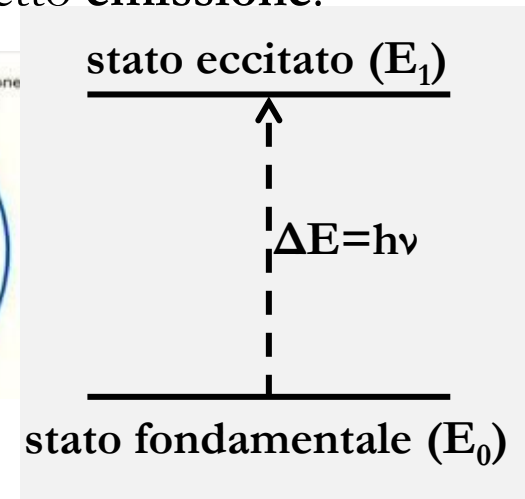
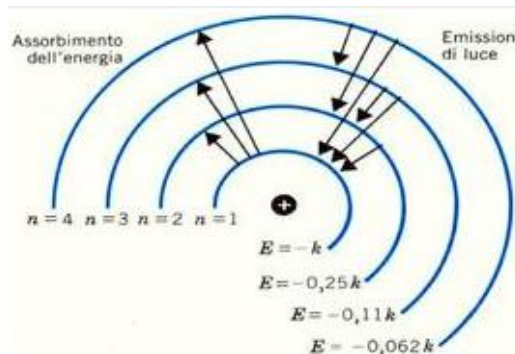
(d) Mixture of elements and a compound

Interazione tra materia e radiazione elettromagnetica

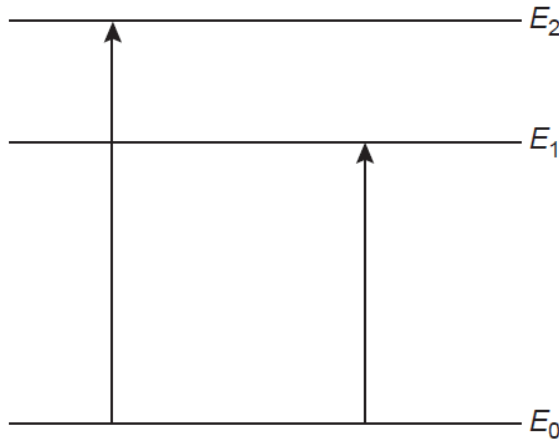
Quando una radiazione elettromagnetica investe una porzione di materia in determinate condizioni può avvenire una transizione quantistica dallo stato ad energia minore dell'atomo o molecola non sollecitato (**stato fondamentale**) a livelli di energia più alta (**stati eccitati**): questo fenomeno prende il nome di **assorbimento**. Secondo la teoria quantistica, gli atomi, le molecole o gli ioni possiedono soltanto un numero limitato di livelli energetici discreti. L'assorbimento avviene solo se l'energia fornita dalla radiazione elettromagnetica è uguale alla differenza di energia tra i due stati quantici coinvolti nel salto.

Dopo l'eccitazione però si ha il rilassamento e l'atomo o molecola ritorna al suo stato fondamentale a minore energia: il fenomeno viene detto **emissione**.

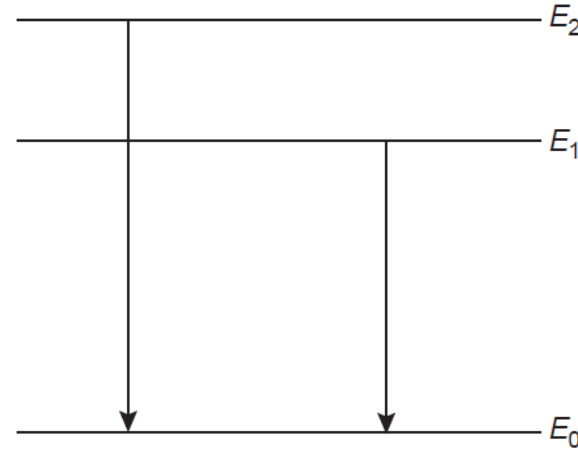
L'analisi chimica può sfruttare entrambi i fenomeni, per cui esistono tecniche di **spettroscopia di assorbimento** e tecniche di **spettroscopia di emissione**.



Assorbimento ed emissione



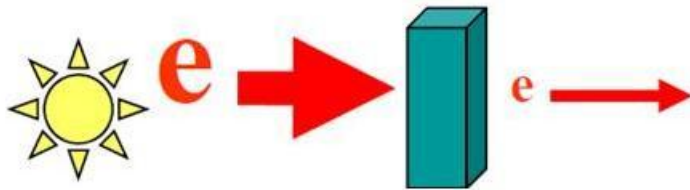
Assorbimento di un fotone



Emissione di un fotone

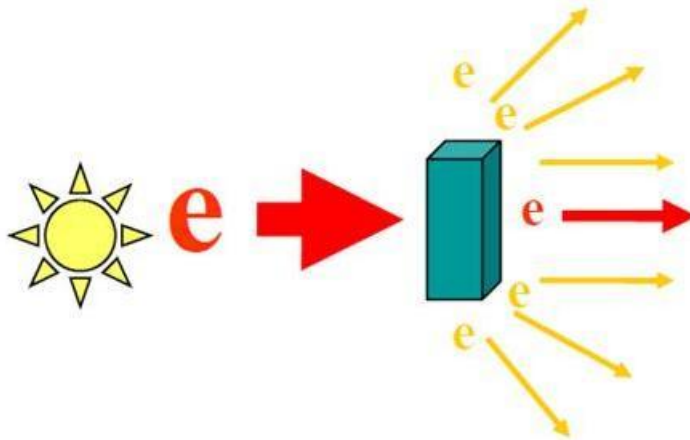
- spettroscopia di **ASSORBIMENTO**: atomi o molecole vengono eccitati e passano a stati energetici maggiori
- spettroscopia di **EMISSIONE**: dagli stati eccitati, ritornando allo stato fondamentale, le particelle riemettono energia sotto forma di radiazioni elettromagnetiche ($h\nu$)

Emissione e Assorbimento



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

L'assorbimento avviene quando la radiazione causa un aumento di energia nella materia con cui interagisce.



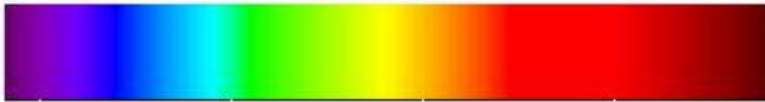
SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE

L'emissione avviene quando la radiazione è prodotta dalla materia durante una transizione da un alto livello energetico a uno più basso.

Transizioni spettroscopiche

Si definisce **transizione spettroscopica** un qualsiasi processo per cui un dato sistema passa da un livello energetico ad un altro con emissione o assorbimento di radiazione.

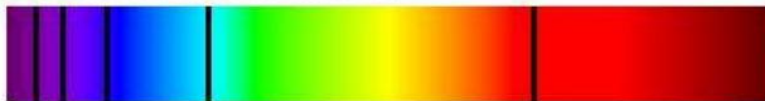
Spettro continuo



Linee di emissione

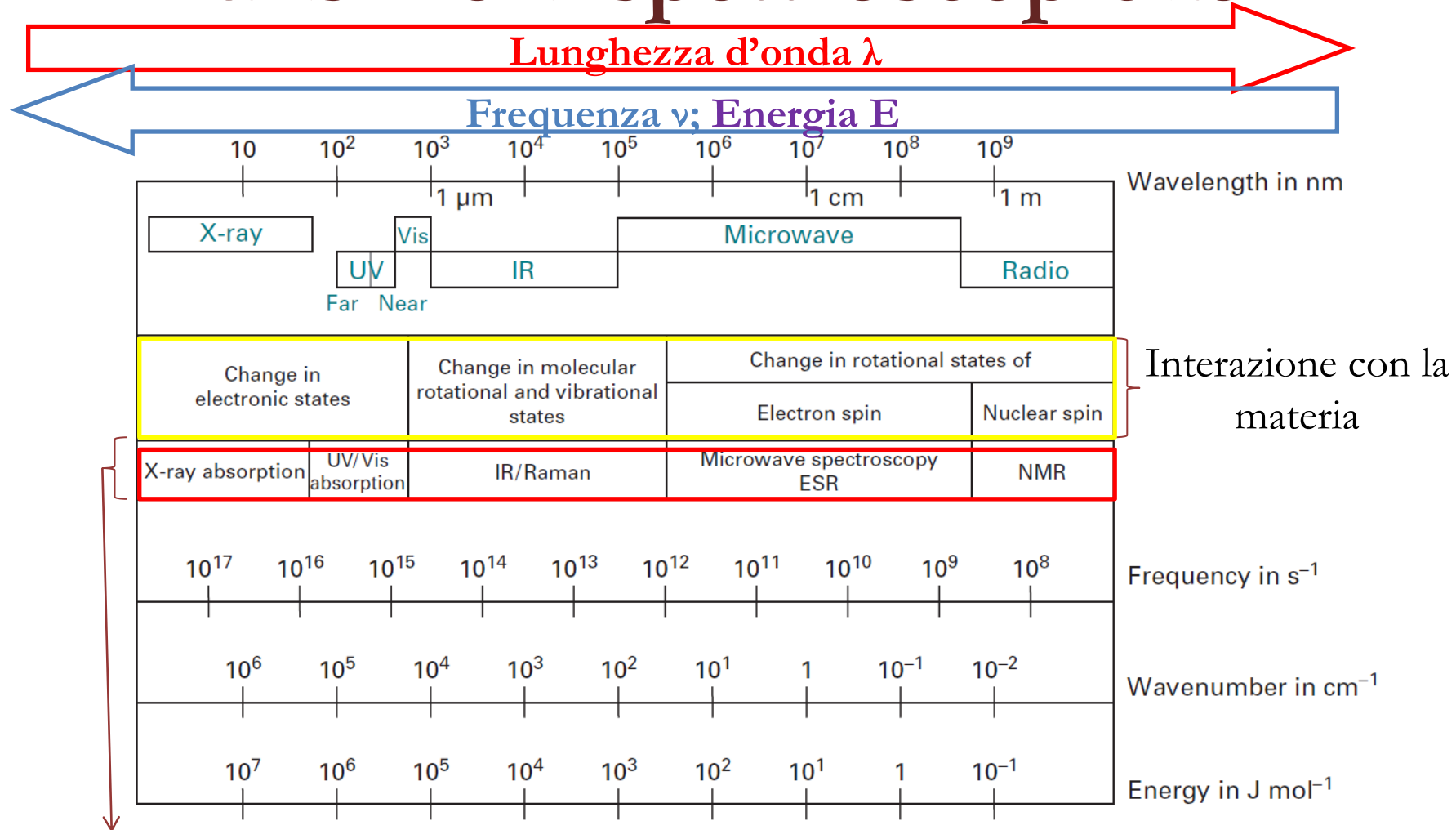


Linee di assorbimento



Si definisce **spettro** l'insieme delle frequenze, con le rispettive intensità, presenti nella radiazione emessa o assorbita e relative quindi alle varie transizioni possibili. Si parla di **spettro di emissione** se la radiazione viene emessa dal sistema dopo che questo è stato opportunamente eccitato, di **spettro di assorbimento** se la radiazione viene assorbita dal sistema.

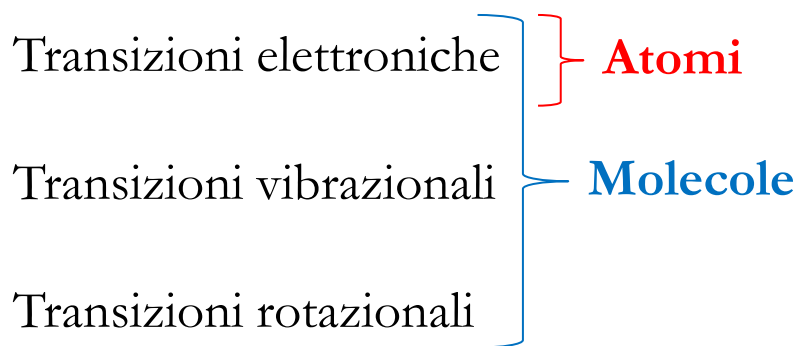
Transizioni spettroscopiche



Applicazioni spettroscopiche

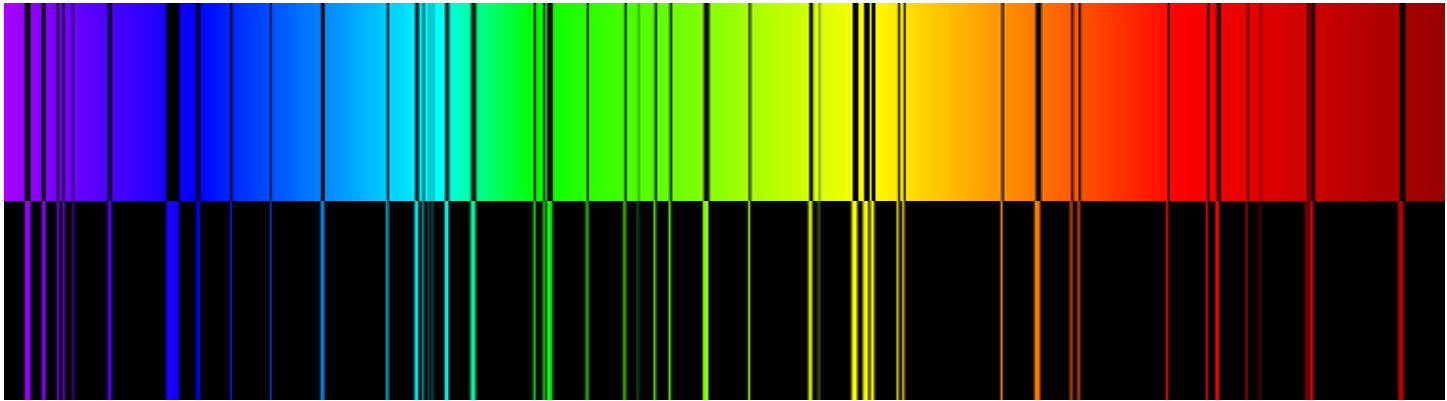
Transizioni spettroscopiche

Type of Energy Transfer	Region of the Electromagnetic Spectrum	Spectroscopic Technique
absorption	γ -ray	Mossbauer spectroscopy
	X-ray	X-ray absorption spectroscopy
	UV/Vis ^a	UV/Vis spectroscopy ^b
		atomic absorption spectroscopy ^b
	infrared	infrared spectroscopy ^b
	microwave	raman spectroscopy
		microwave spectroscopy
		electron spin resonance spectroscopy
	radio waves	nuclear magnetic resonance spectroscopy
emission (thermal excitation)	UV/Vis	atomic emission spectroscopy ^b
photoluminescence	X-ray	X-ray fluorescence
	UV/Vis	fluorescence spectroscopy ^b
		phosphorescence spectroscopy ^b
		atomic fluorescence spectroscopy



Emissione e Assorbimento

Spettro di assorbimento atomico del mercurio



Spettro di emissione atomica del mercurio

Le linee di assorbimento sono estremamente atomo-specifiche, e possono essere usate per identificare facilmente la composizione chimica di tutti i mezzi che la radiazione elettromagnetica può attraversare.

Componenti comuni agli strumenti spettroscopici

➤ Sorgente di energia

- sorgente di radiazione elettromagnetica
- sorgente di energia termica
- sorgente chimica di energia

➤ Selettore della lunghezza d'onda

- Filtri
- Monocromatori
- Interferometri

➤ Detector

- Trasduttori di fotoni
- Trasduttori termici

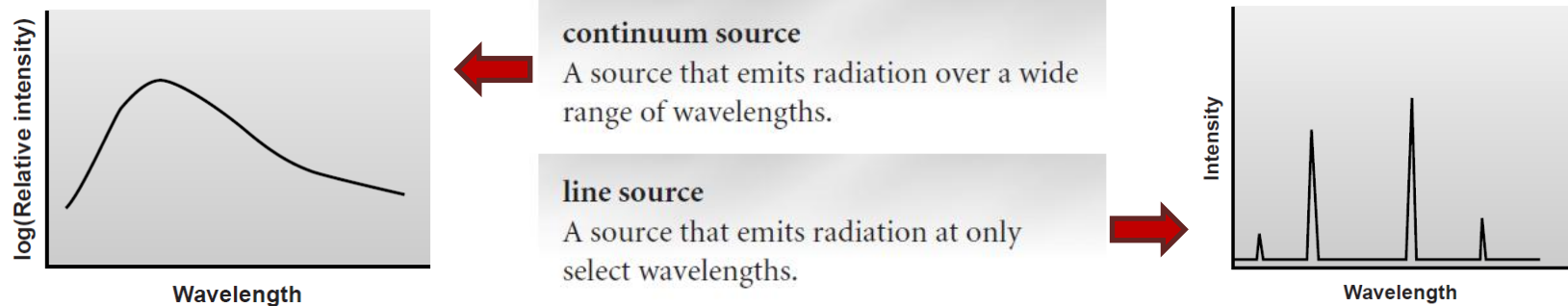
➤ Processore di segnale

Sorgenti di energia

- **Sorgente di energia**
 - sorgente di radiazione elettromagnetica
 - sorgente di energia termica
 - sorgente chimica di energia

Sorgenti di energia

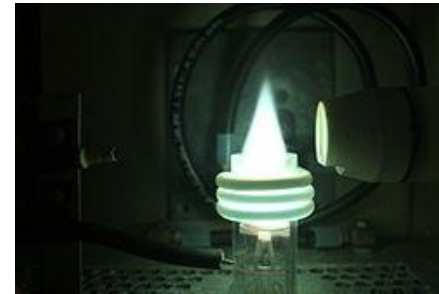
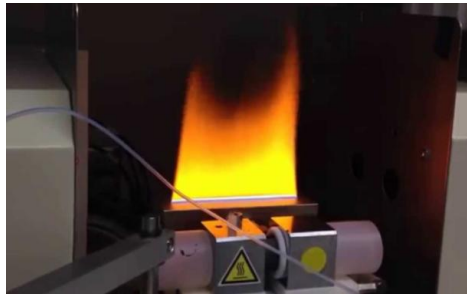
- **Sorgente di energia**
 - **sorgente di radiazione elettromagnetica**
 - sorgente di energia termica
 - sorgente chimica di energia



Source	Wavelength Region	Useful for
H ₂ and D ₂ lamp	continuum source from 160–380 nm	UV molecular absorption
tungsten lamp	continuum source from 320–2400 nm	Vis molecular absorption
Xe arc lamp	continuum source from 200–1000 nm	molecular fluorescence
Nernst glower	continuum source from 0.4–20 μm	IR molecular absorption
globalar	continuum source from 1–40 μm	IR molecular absorption
nichrome wire	continuum source from 0.75–20 μm	IR molecular absorption
hollow cathode lamp	line source in UV/Vis	atomic absorption
Hg vapor lamp	line source in UV/Vis	molecular fluorescence
laser	line source in UV/Vis	atomic and molecular absorption, fluorescence and scattering

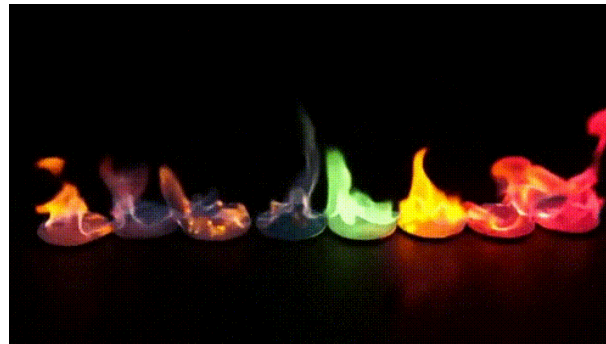
Sorgenti di energia

- **Sorgente di energia**
 - sorgente di radiazione elettromagnetica
 - **sorgente di energia termica**
 - sorgente chimica di energia



← Sorgenti a plasma

➤ Sorgenti a fiamma

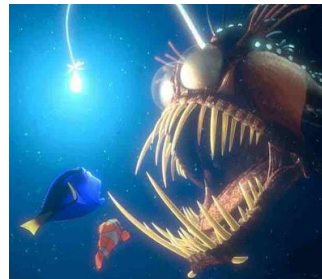
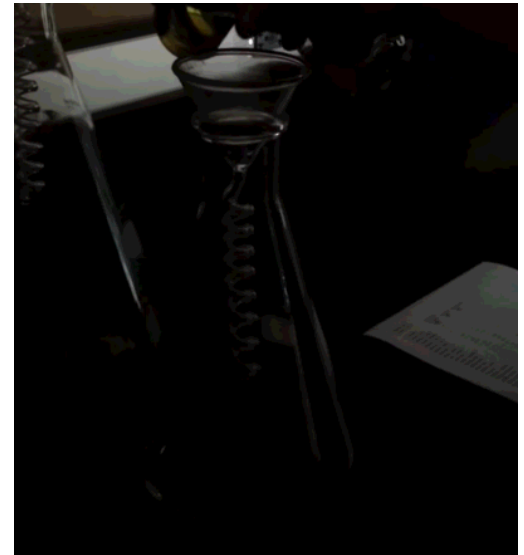


Sorgenti di energia

➤ Sorgente di energia

- sorgente di radiazione elettromagnetica
- sorgente di energia termica
- **sorgente chimica di energia**

Nella **chemiluminescenza** l'analita è innalzato ad uno stato energetico superiore tramite una reazione chimica, ed emette poi una radiazione caratteristica che lo riporta ad uno stato energetico inferiore.

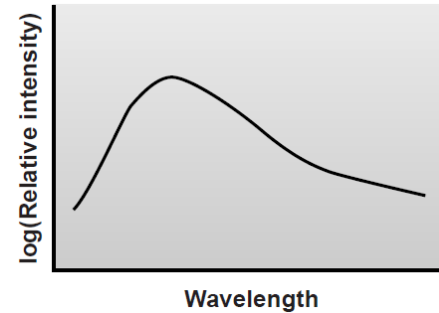


Selettori di lunghezza d'onda

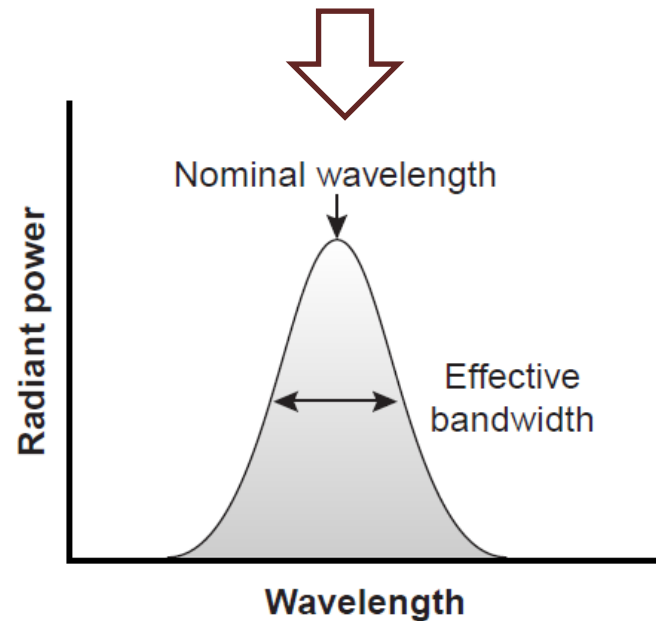
➤ Selettore della lunghezza d'onda

- Filtri
- Monocromatori
- Interferometri

Un selettore di lunghezza d'onda fa passare una banda stretta di radiazione caratterizzata da una **lunghezza d'onda nominale**, un'**ampiezza di banda effettiva**, e una **massima trasmissione di radiazione**. L'ampiezza di banda effettiva è definita come l'ampiezza della radiazione a metà della massima trasmissione.



Sorgente continua



Selettori di lunghezza d'onda

- **Selettore della lunghezza d'onda**
 - **Filtri**
 - Monocromatori
 - Interferometri

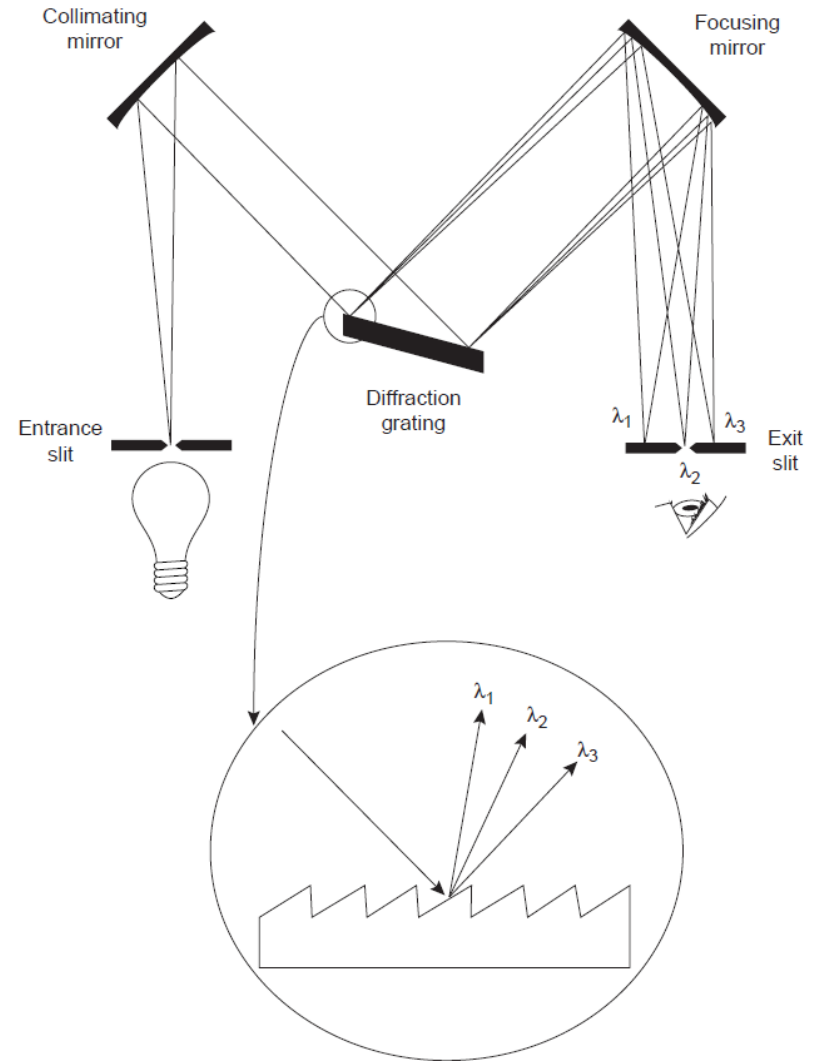
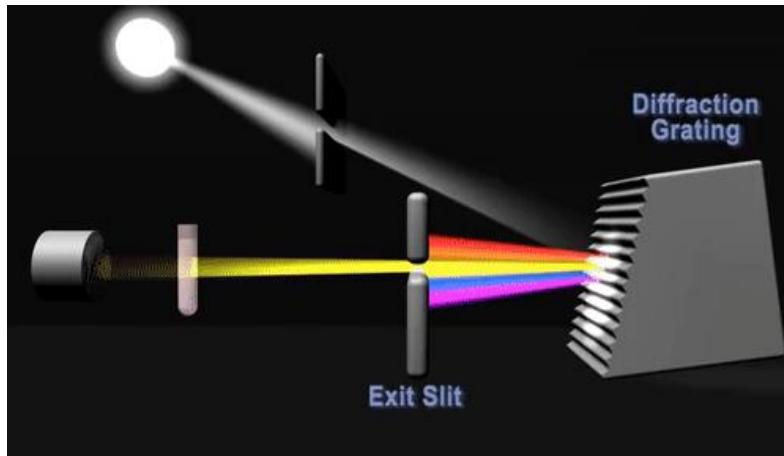
Il modo più semplice per isolare una stretta banda di radiazione è quello di usare un filtro ad assorbimento o ad interferenza.

I **filtri ad assorbimento** assorbono selettivamente la radiazione da una regione ristretta dello spettro elettromagnetico.

I **filtri ad interferenza** usano interferenze costruttive o distruttive per isolare un range ristretto di lunghezze d'onda.

Selettori di lunghezza d'onda

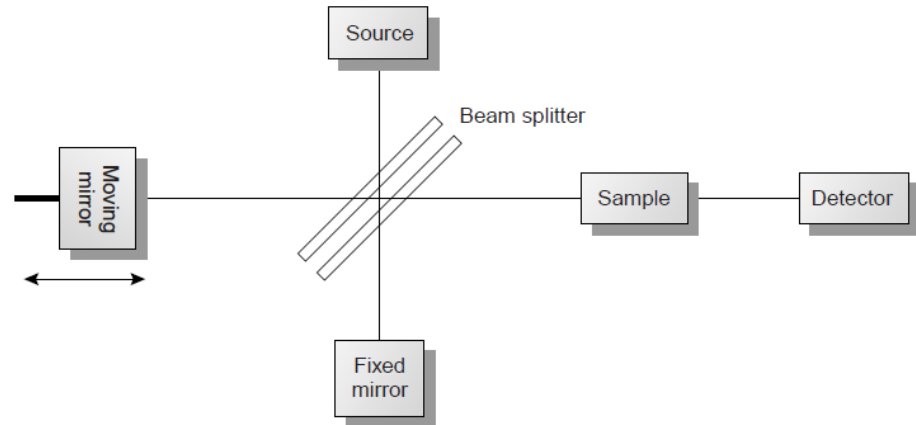
- Selettore della lunghezza d'onda
 - Filtri
 - **Monocromatori**
 - Interferometri



Selettori di lunghezza d'onda

➤ Selettore della lunghezza d'onda

- Filtri
- Monocromatori
- **Interferometri**



Invece di filtrare o disperdere la radiazione elettromagnetica, un interferometro permette alla radiazione sorgente di tutte le lunghezze d'onda di raggiungere simultaneamente il detector. La radiazione dalla sorgente è convogliata su un beam splitter (separatore di fascio) che trasmette metà della radiazione a uno specchio fisso, mentre riflette l'altra metà ad uno specchio mobile. La radiazione si ricombina al separatore di fascio, dove interferenza costruttiva e distruttiva determina, per ciascuna lunghezza d'onda, l'intensità della luce che raggiunge il detector. Cambiando la posizione dello specchio mobile, le lunghezze d'onda della luce che sperimentano la massima interferenza costruttiva e la massima interferenza distruttiva cambiano.

Detector (rivelatore)

➤ Detector

- Trasduttori di fotoni
- Trasduttori termici



Il primo detector per la spettroscopia UV-Vis

I detector moderni usano un trasduttore per convertire un segnale che consiste in fotoni in un segnale elettrico facilmente misurabile:

$$S = kP + D$$

sensibilità del detector

Potenza della radiazione elettromagnetica

Agitazione termica del detector

Detector (rivelatore)

- **Detector**
 - **Trasduttori di fotoni**
 - Trasduttori termici

Due classi generali di trasduttori vengono usati per la spettroscopia ottica. I **fototubi** e i **fotomoltiplicatori** contengono una superficie fotosensibile che assorbe la radiazione nell'ultravioletto, visibile e vicino infrarosso (IR), producendo una corrente elettrica proporzionale al numero di fotoni che raggiungono il trasduttore. Altri detector di fotoni usano un semiconduttore come superficie fotosensibile. Quando il semiconduttore assorbe i fotoni, gli elettroni di valenza si muovono alla banda di conduzione del semiconduttore, producendo una corrente misurabile.

Detector (rivelatore)

➤ **Detector**

- Trasduttori di fotoni
- **Trasduttori termici**

Sono utilizzati per la radiazione IR, la cui energia non è sufficiente per produrre una corrente misurabile nei trasduttori di fotoni.

L'assorbimento di fotoni IR da parte di un trasduttore termico aumenta la temperatura di quest'ultimo, modificando una o più delle sue caratteristiche.

Il trasduttore pneumatico, per esempio, consiste di un piccolo tubo riempito di gas xenon con una finestra trasparente a IR a un'estremità e una membrana flessibile all'altra estremità. Una superficie annerita nel tubo assorbe fotoni, aumentando la temperatura, e quindi la pressione del gas. La pressione maggiore nel tubo causa il movimento della membrana flessibile il cui movimento viene monitorato per produrre un segnale elettrico.

Processori di segnale

➤ Processore di segnale

Il segnale elettrico generato dal trasduttore viene inviato ad un processore di segnale dove viene visualizzato in una forma più conveniente per l'analista.

Esempi di processori di segnali includono metri analogici o digitali, registratori, e computer con acquisizione digitale.



Strumentazione

ASSORBIMENTO

Sorgente

Atomizzazione

Monocromatore

Rivelatore

EMISSIONE

Sorgente (campione eccitato)

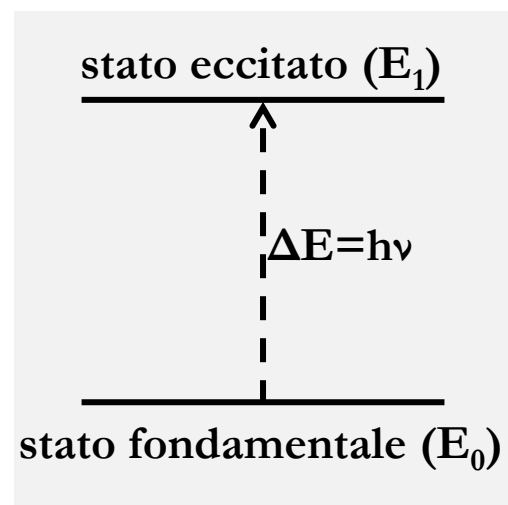
Monocromatore

Rivelatore

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

Nella spettroscopia di assorbimento, un fascio di radiazione elettromagnetica passa attraverso un campione. La maggior parte della radiazione viene trasmessa senza perdita di intensità. A frequenze particolari, però, l'intensità della radiazione viene attenuata. Questo processo di attenuazione è detta **assorbimento**.



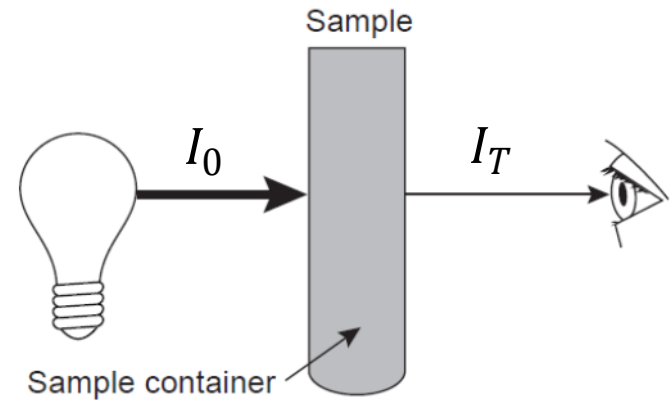
Spettroscopia di assorbimento	
Molecolare	Radiazione VIS e UV: Transizioni elettroniche (elettroni di valenza delle molecole, impegnati nella formazione dei legami molecolari) Radiazione IR: transizioni vibrazionali molecolari
Atomica	Transizioni elettroniche tra orbitali atomici

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

trasmittanza $T = \frac{I_T}{I_0}$

T=1 no assorbimento

T=0 completo assorbimento



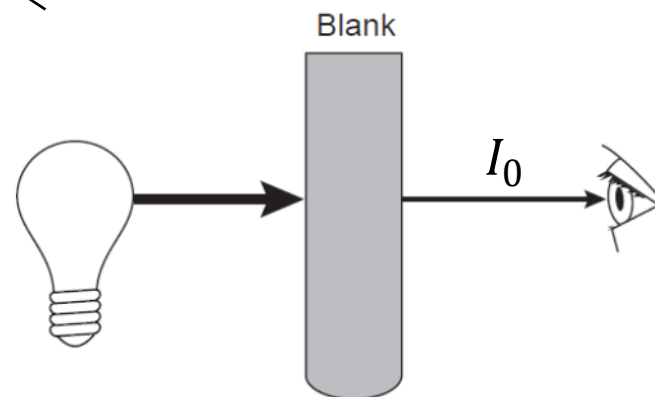
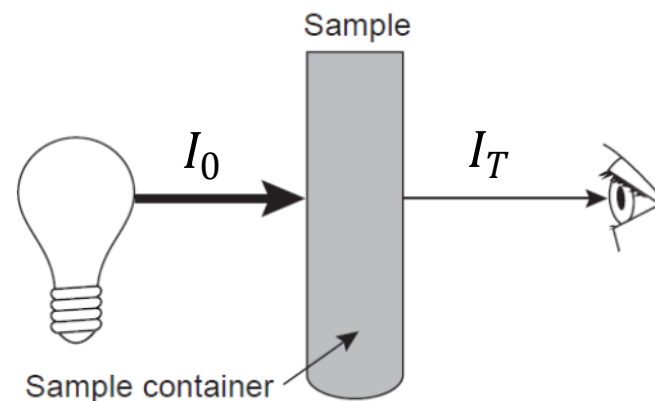
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

trasmittanza $T = \frac{I_T}{I_0}$

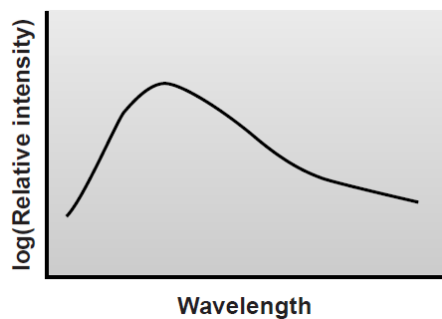
T=1 no assorbimento

T=0 completo assorbimento

Oltre all'assorbimento della radiazione, altri fenomeni contribuiscono all'attenuazione netta della radiazione, inclusa la riflessione e l'assorbimento da parte del contenitore del campione, l'assorbimento da parte di componenti della matrice del campione diverse dall'analita, e la dispersione della radiazione. Per compensare la perdita di intensità della radiazione elettromagnetica per questi effetti, si usa il metodo del bianco. L'intensità della radiazione che esce dal bianco è presa come I_0 .



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

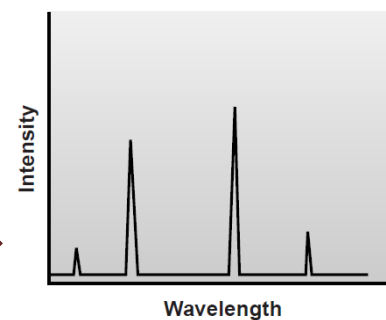


continuum source

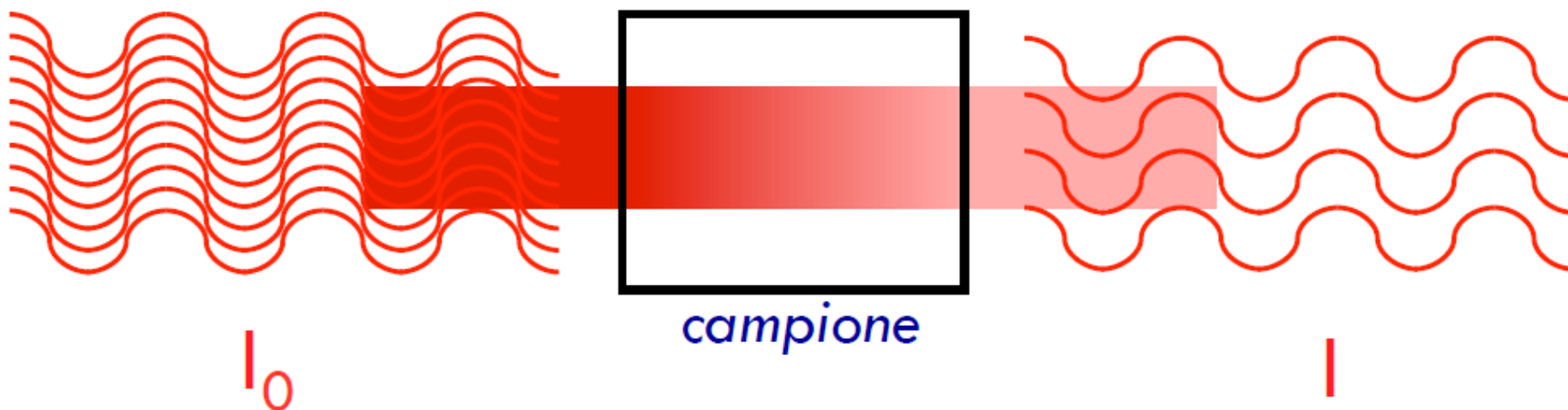
A source that emits radiation over a wide range of wavelengths.

line source

A source that emits radiation at only select wavelengths.



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO



assorbanza $\rightarrow A = -\log T = -\log \frac{I_T}{I_0} = \log \frac{I_0}{I_T}$

L'assorbanza è direttamente proporzionale alla concentrazione del soluto...

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

LEGGE DI LAMBERT-BEER

$$A = \epsilon b C$$

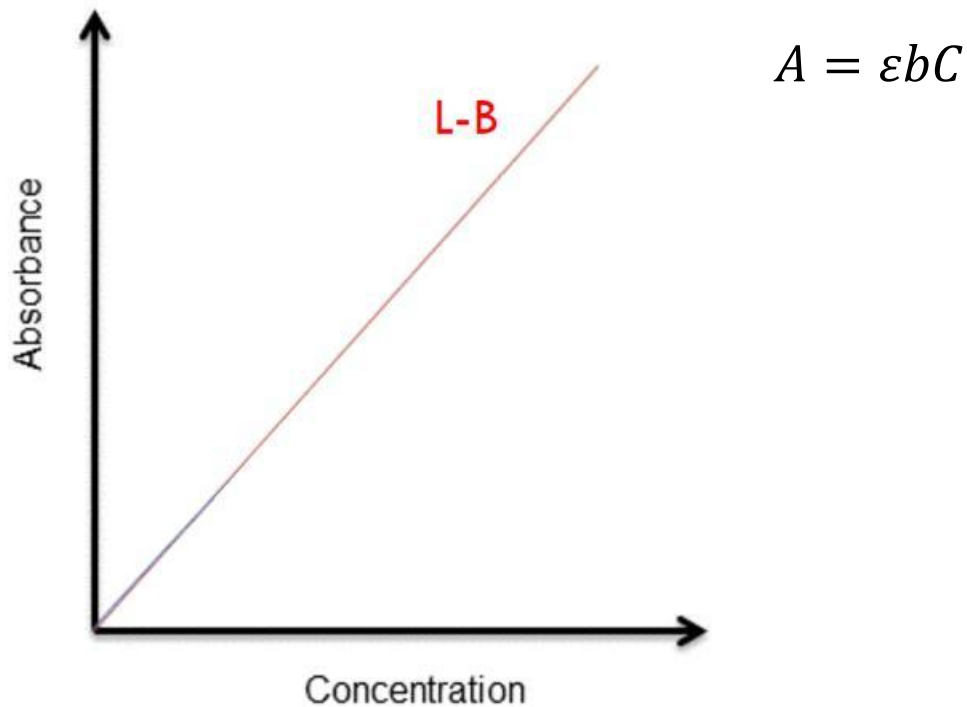
Diagram illustrating the components of the Lambert-Beer law equation $A = \epsilon b C$:

- A : assorbanza
- ϵ : coefficiente di estinzione molare
- b : cammino ottico
- C : concentrazione molare

Il coefficiente di estinzione molare indica la probabilità che l'analita assorba un fotone di una certa energia. Come risultato, il valore di ϵ dipende dalla lunghezza d'onda della radiazione elettromagnetica.

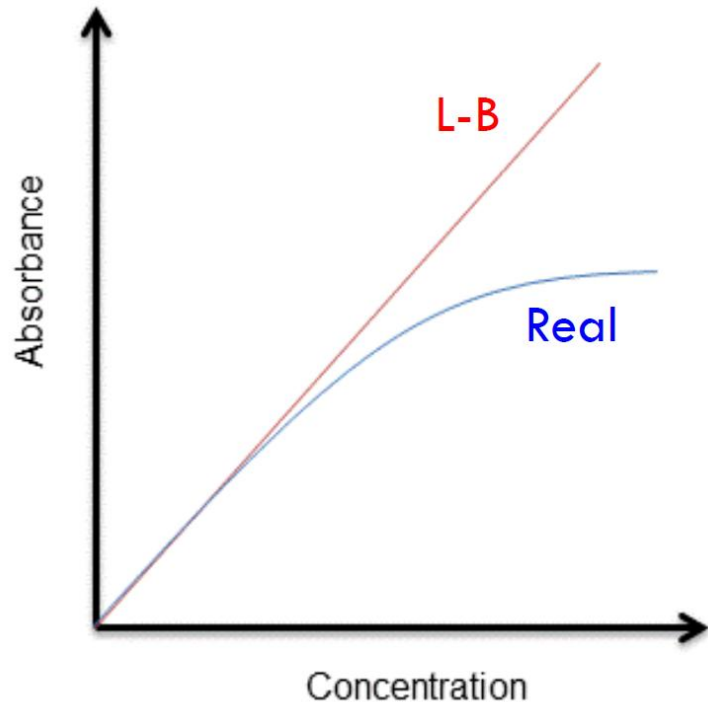
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

LEGGE DI LAMBERT-BEER



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

LEGGE DI LAMBERT-BEER



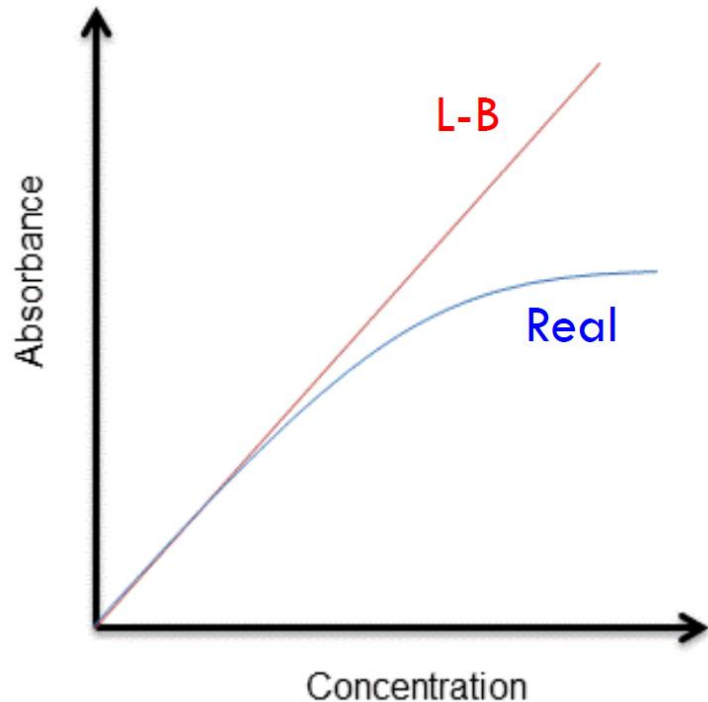
$$A = \epsilon bC$$

Limiti della legge di Lambert-Beer:

- fondamentali
- chimici
- strumentali

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

LEGGE DI LAMBERT-BEER



$$A = \varepsilon bC$$

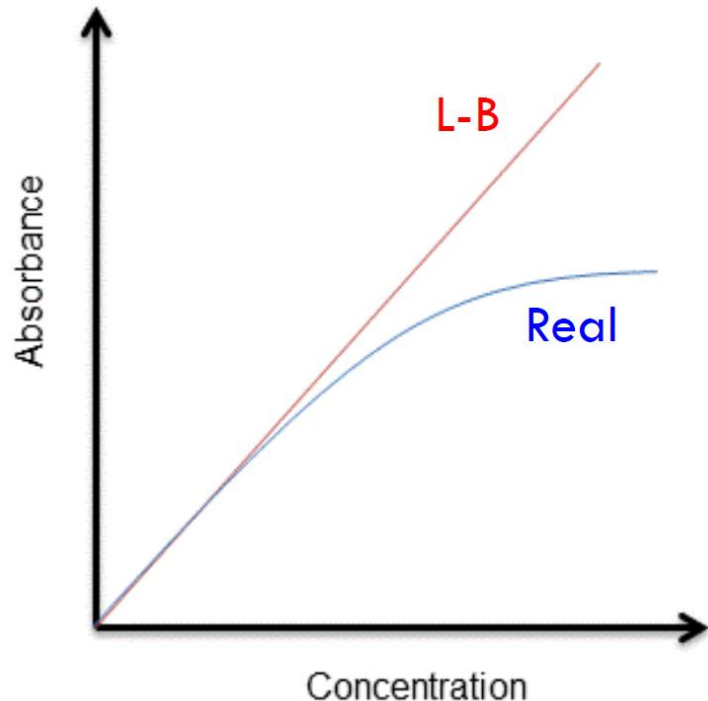
Limiti della legge di Lambert-Beer:

- **fondamentali**
- chimici
- strumentali

La legge di Lambert-Beer vale solo per soluzioni molto diluite (trascura interazioni molecolari).

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

LEGGE DI LAMBERT-BEER



$$A = \epsilon bC$$

Limiti della legge di Lambert-Beer:

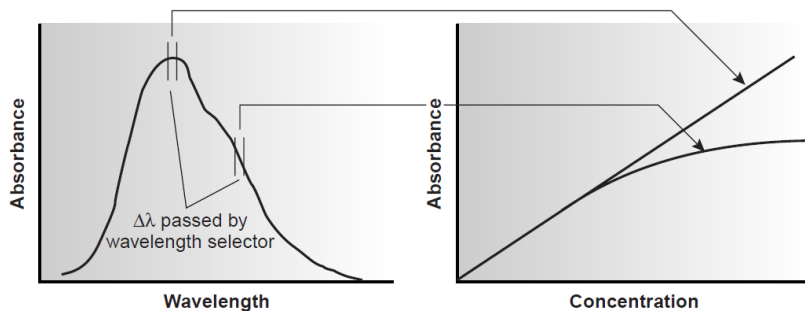
- fondamentali
- **chimici**
- strumentali

Deviazioni chimiche dalla legge di Lambert-Beer possono avvenire quando la specie che assorbe è coinvolta in una reazione di equilibrio.

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

LEGGE DI LAMBERT-BEER

$$A = \varepsilon bC$$



Limiti della legge di Lambert-Beer:

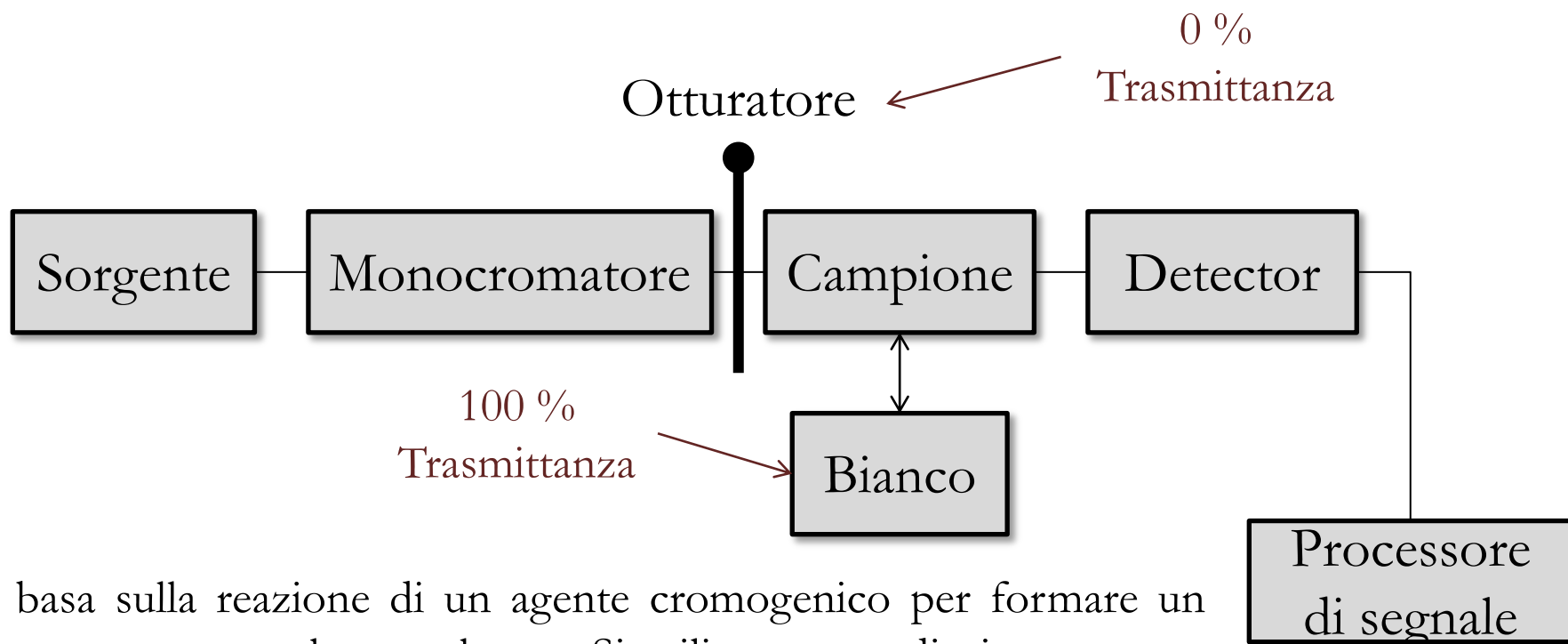
- fondamentali
- chimici
- **strumentali**

La legge di Lambert-Beer è valida per radiazione puramente monocromatica, cioè consistente di una sola lunghezza d'onda. Inoltre, la radiazione vagante derivante da imperfezioni nel selettore di lunghezza d'onda che permette a luce estranea di passare dentro lo strumento, costituisce un contributo aggiuntivo.

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO

- Spettrofotometria Molecolare Ultravioletto-Visibile (UV-Vis)
- Spettrofotometria Molecolare Infrarossa (IR)
- Spettroscopia di Assorbimento Atomico (AAS)

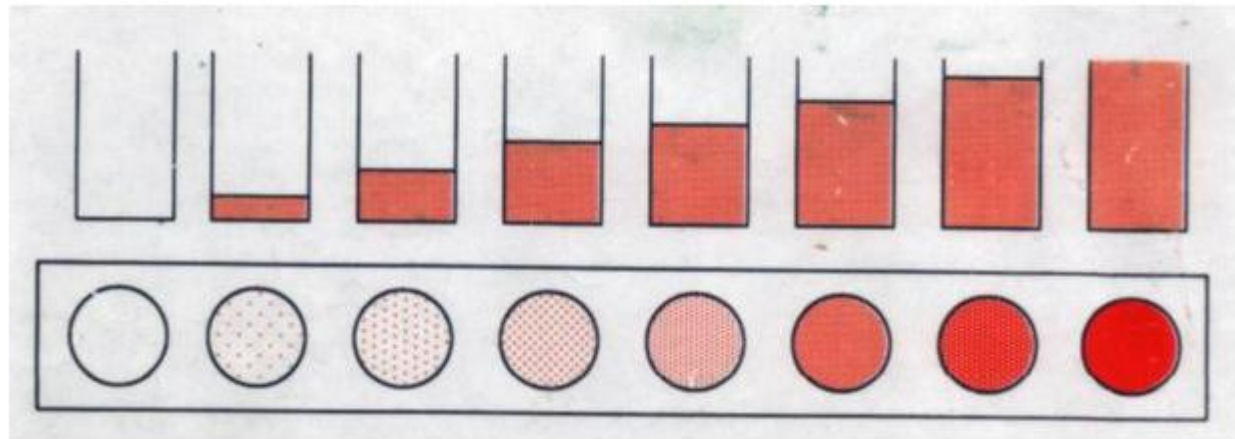
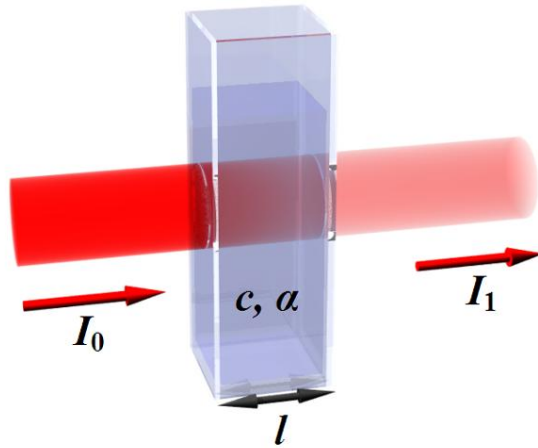
SPETTROFOTOMETRIA MOLECOLARE UV-Vis



Si basa sulla reazione di un agente cromogenico per formare un composto o complesso colorato. Si utilizza una radiazione emessa nel visibile (400-750 nm).

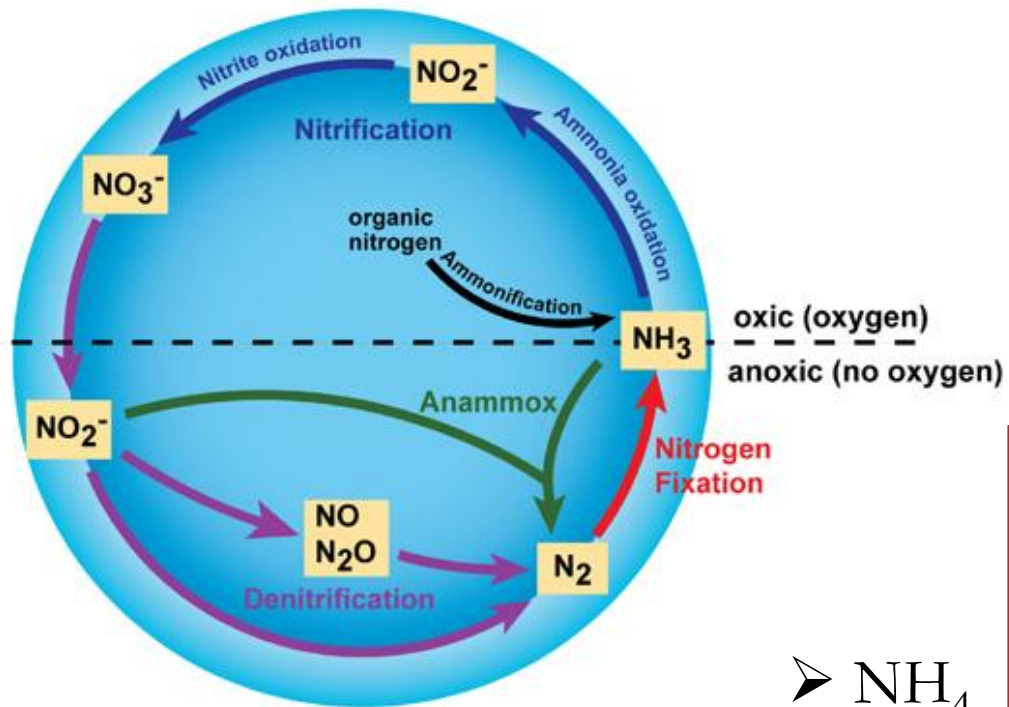
Il grado di assorbimento di una radiazione monocromatica da parte del campione posto in una “cella” o “cuvetta” è proporzionale al numero di ioni o molecole lungo il “cammino ottico”. La legge che regola tale strumentazione è la **Legge di Lambert-Beer**.

COLORIMETRIA



COLORIMETRIA

SPECIE AZOTATE

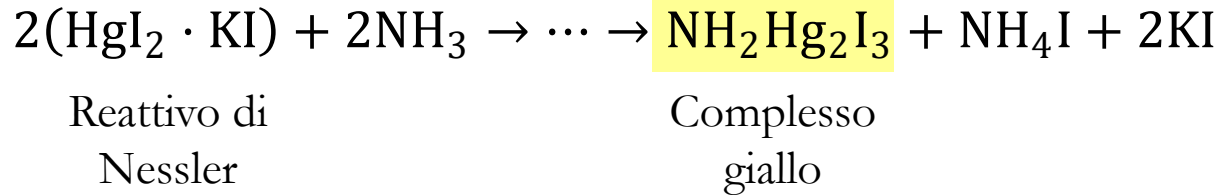


- NH_4
- NO_2



COLORIMETRIA

METODO DI NESSLER



- 25 mL campione in cuvetta di vetro
- 1 mL sale di Rochelle (tartrato doppio di sodio e potassio)
- 1 mL reattivo di Nessler (iodomercurato di potassio)



- NH_4
- NO_2

$\lambda = 420 \text{ nm}$



COLORIMETRIA



- 10 mL campione in cuvetta di vetro
- 1 bustina di reattivo predosato

$\lambda = 507 \text{ nm}$



➤ NH_4
➤ NO_2



COLORIMETRIA

H₂S RADIELLO

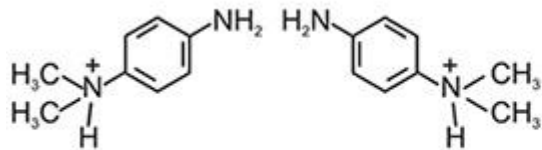
Superficie
diffusiva



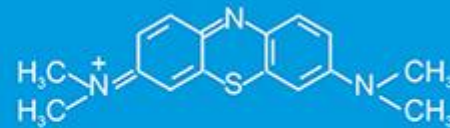
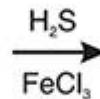
Superficie
adsorbente
(acetato di Zn)



S²⁻

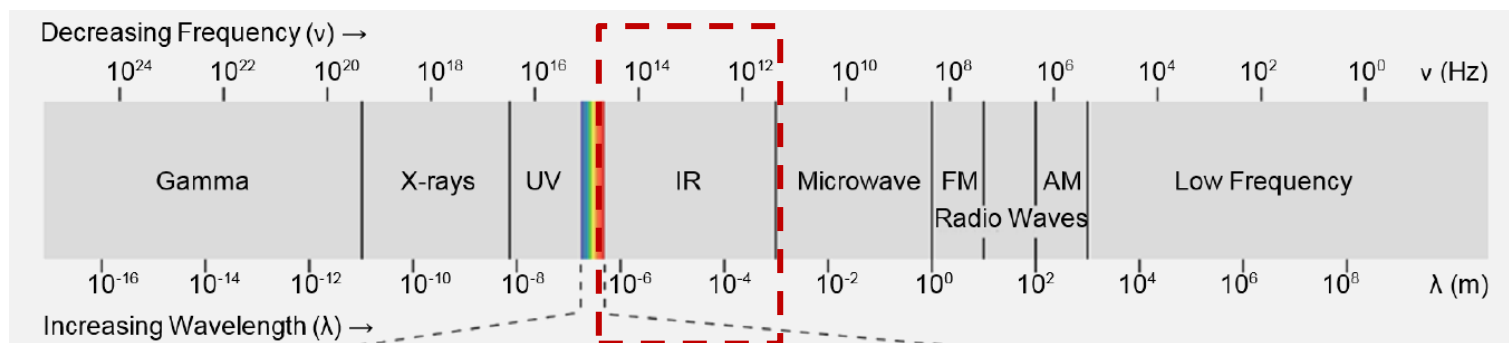


N,N-dimethyl-p-phenylendiammonium

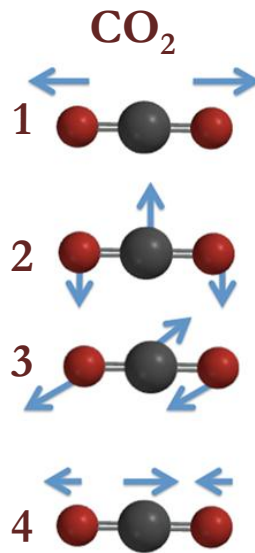


Methylene blue

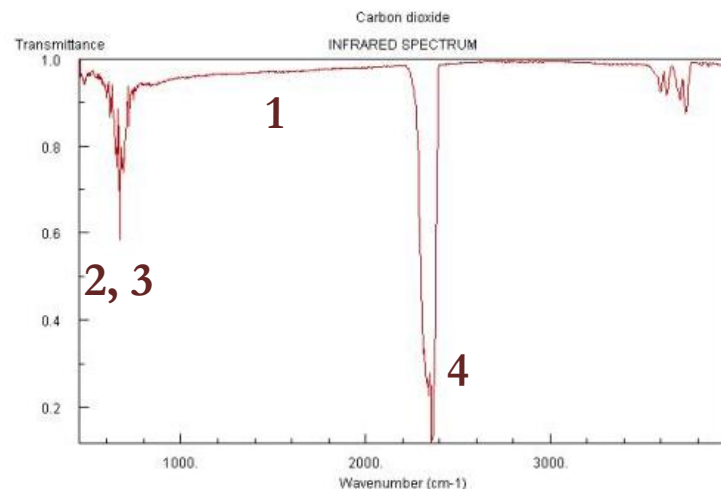
SPETTROFOTOMETRIA MOLECOLARE IR



Le spettrofotometria infrarossa (IR) è una tecnica di analisi molecolare nella quale sono misurate transizioni tra livelli energetici **vibrazionali**. L'energia delle radiazioni IR è sufficiente per attivare anche transizioni energetiche rotazionali.

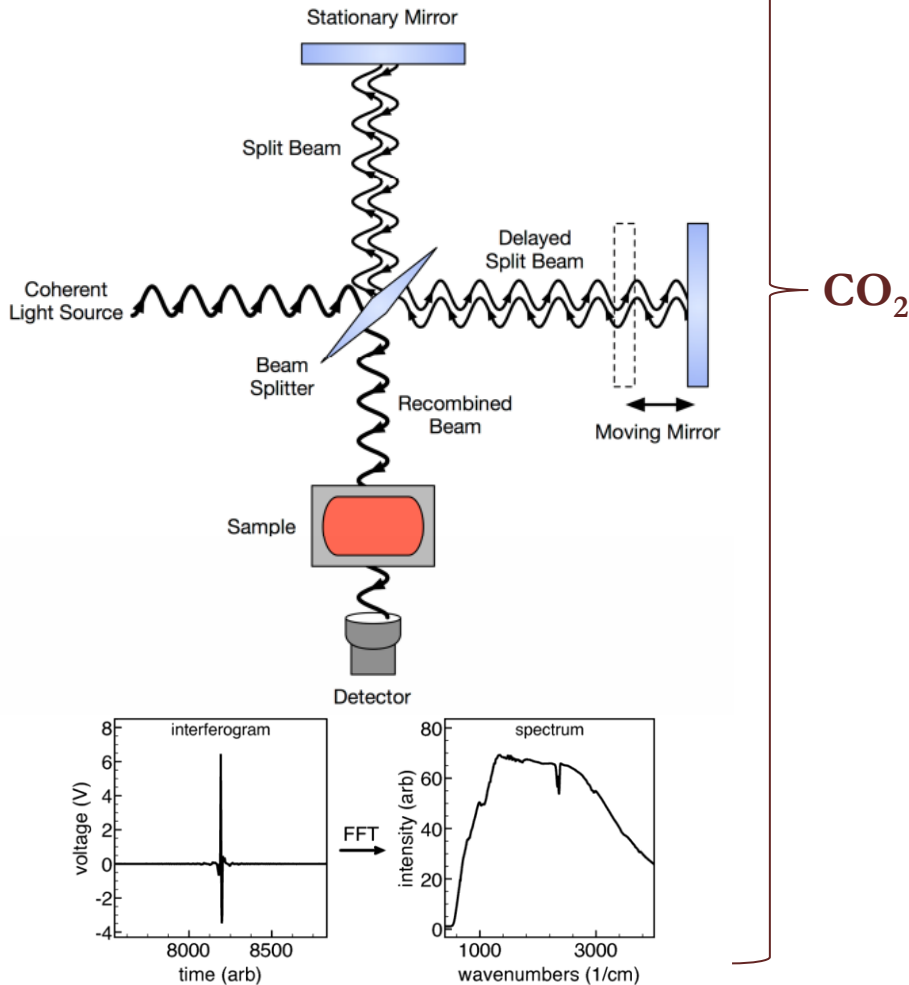


Modi di vibrazione della molecola di CO₂.



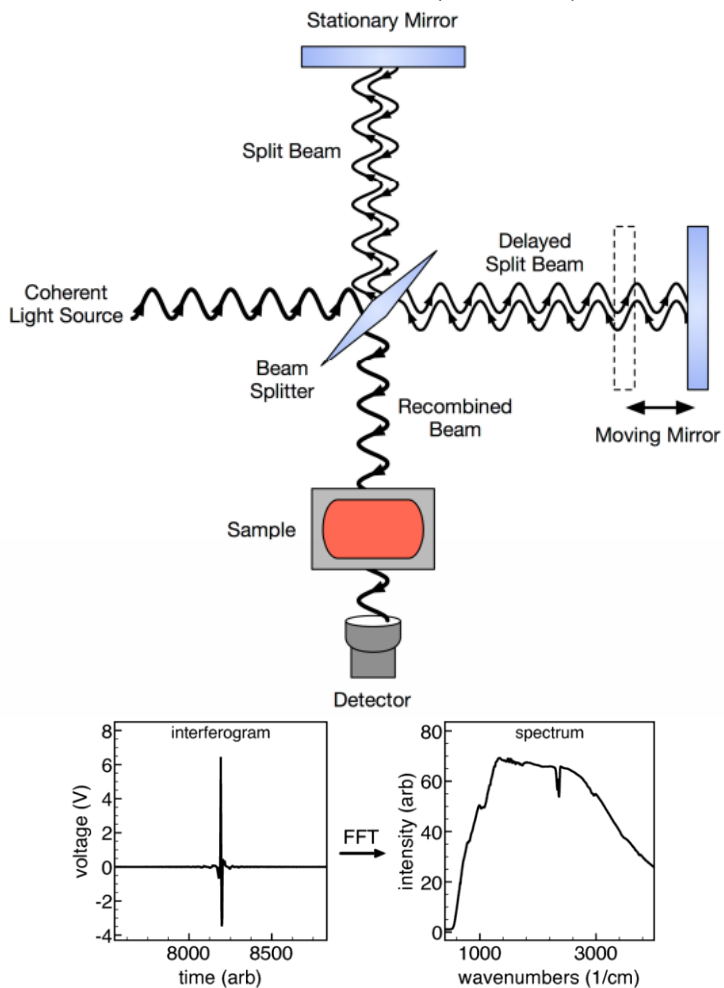
SPETTROFOTOMETRIA MOLECOLARE IR

Spettroscopia IR in trasformata di Fourier (FT-IR)



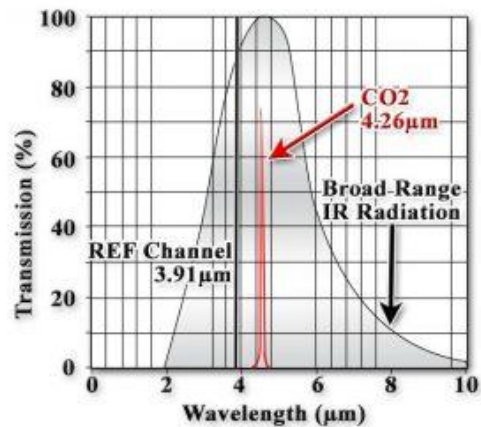
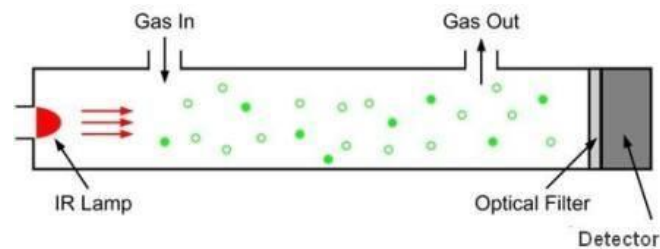
SPETTROFOTOMETRIA MOLECOLARE IR

Spettroscopia IR in trasformata di Fourier (FT-IR)

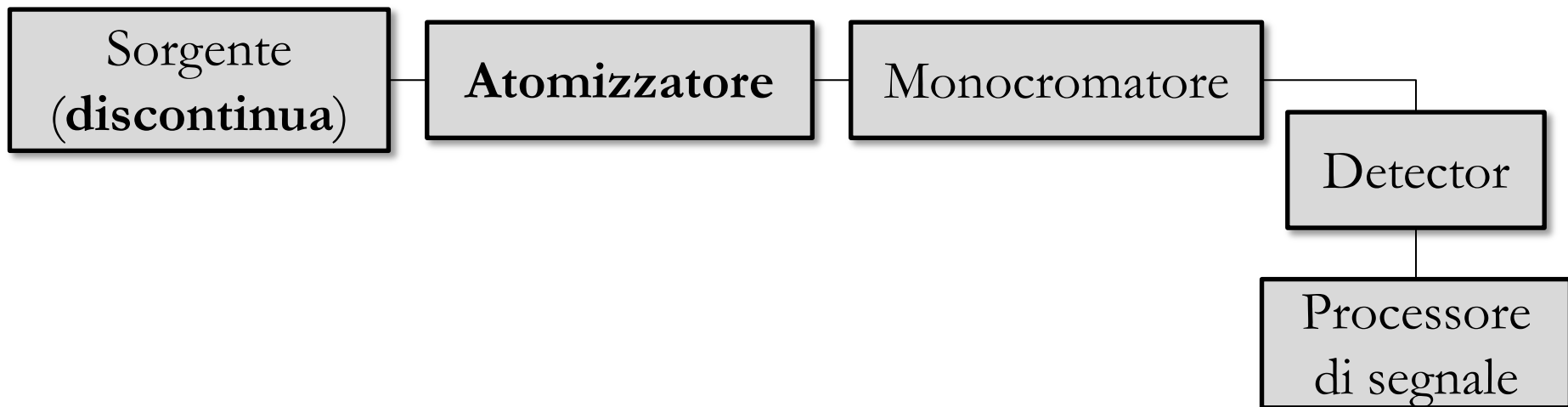


CO₂

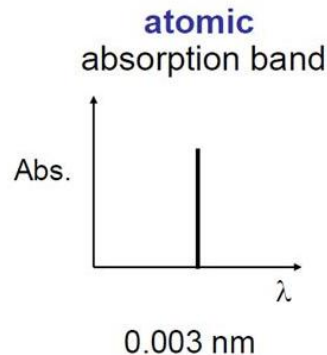
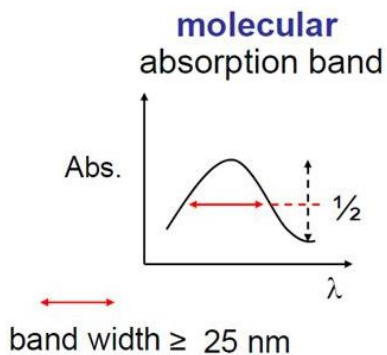
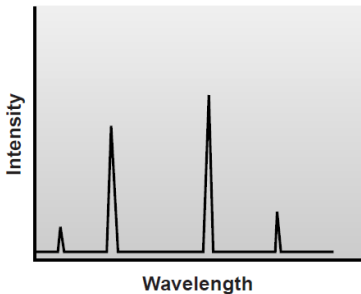
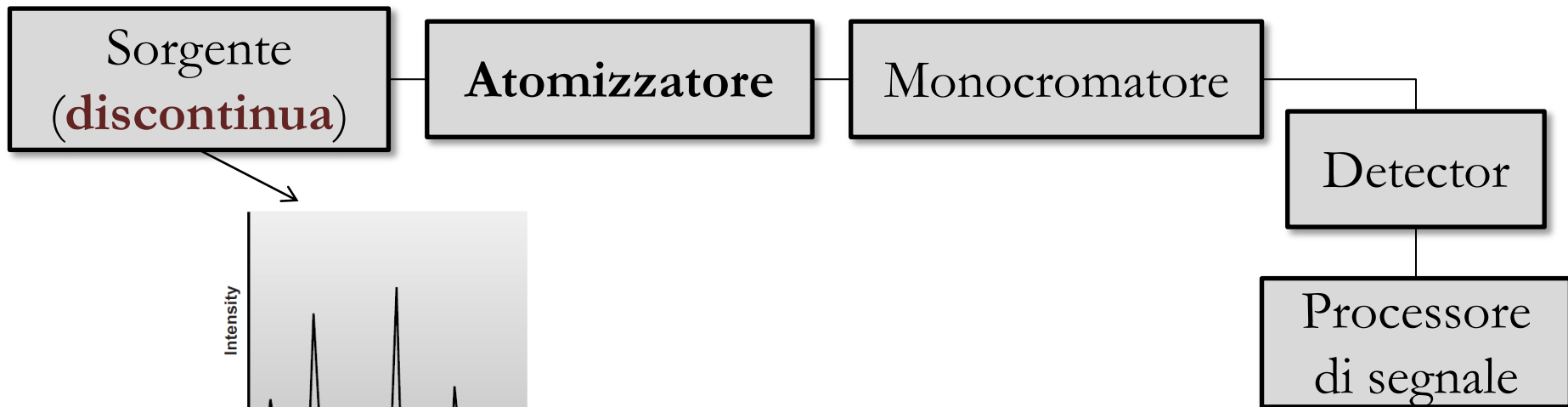
Spettroscopia IR non dispersiva (NDIR)



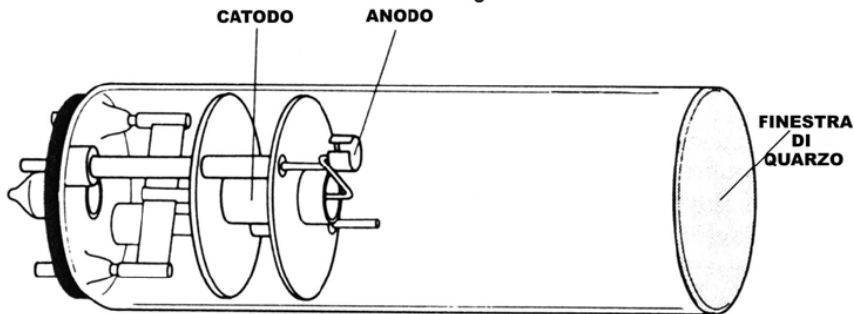
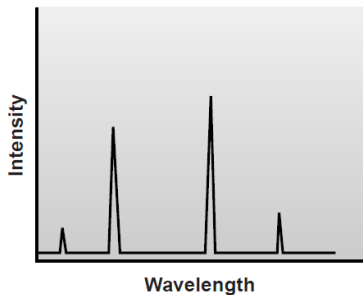
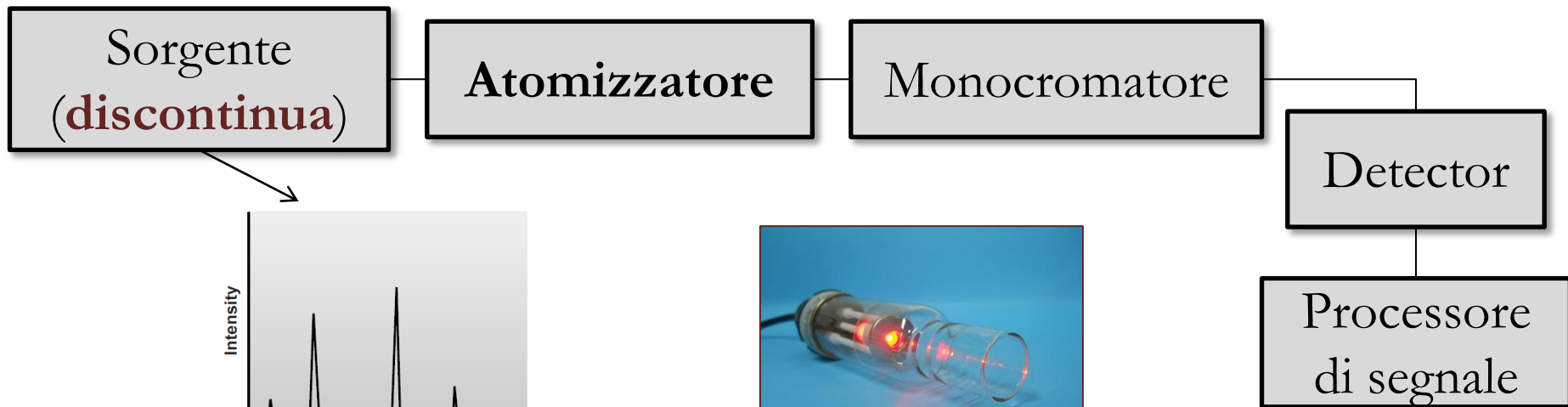
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



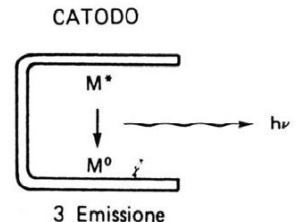
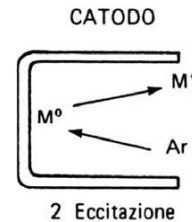
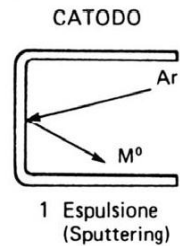
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



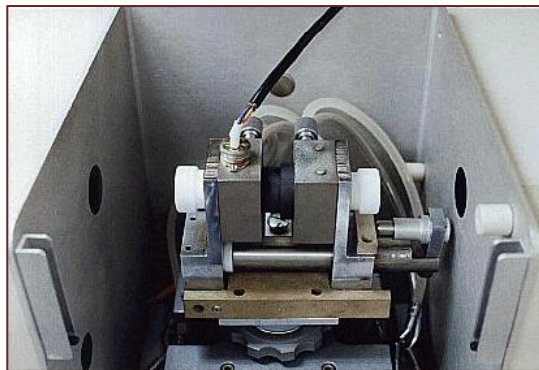
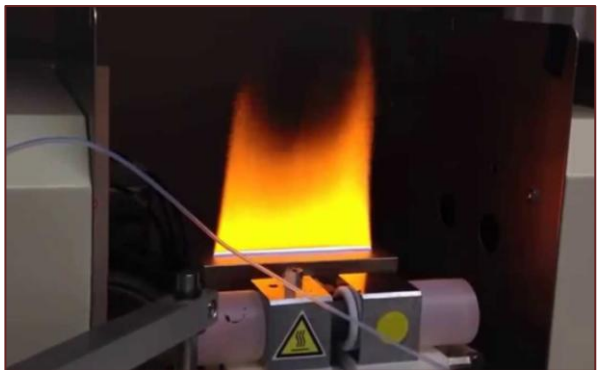
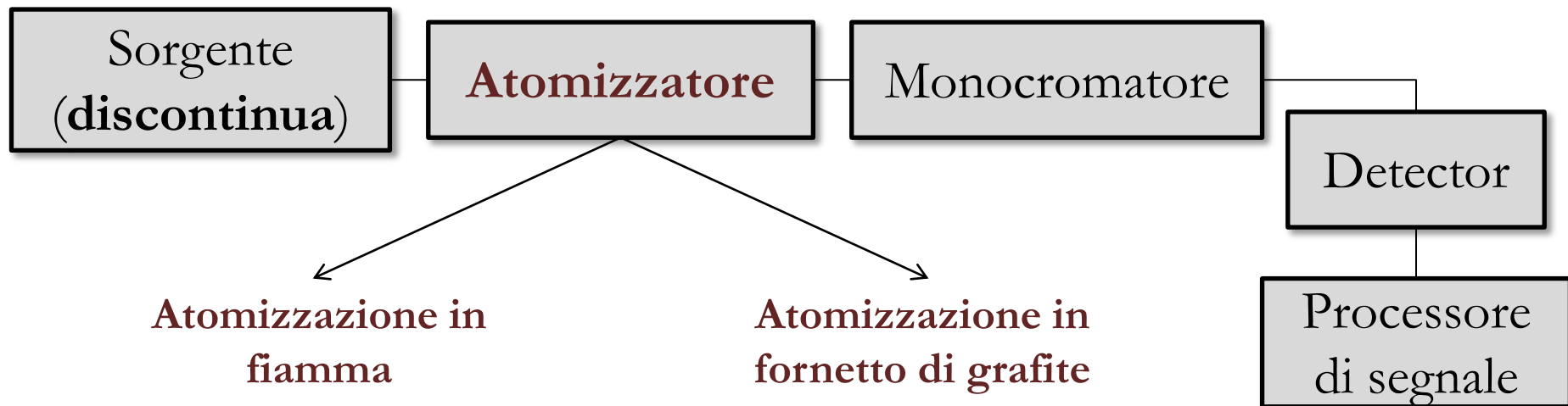
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



Lampada a catodo cavo



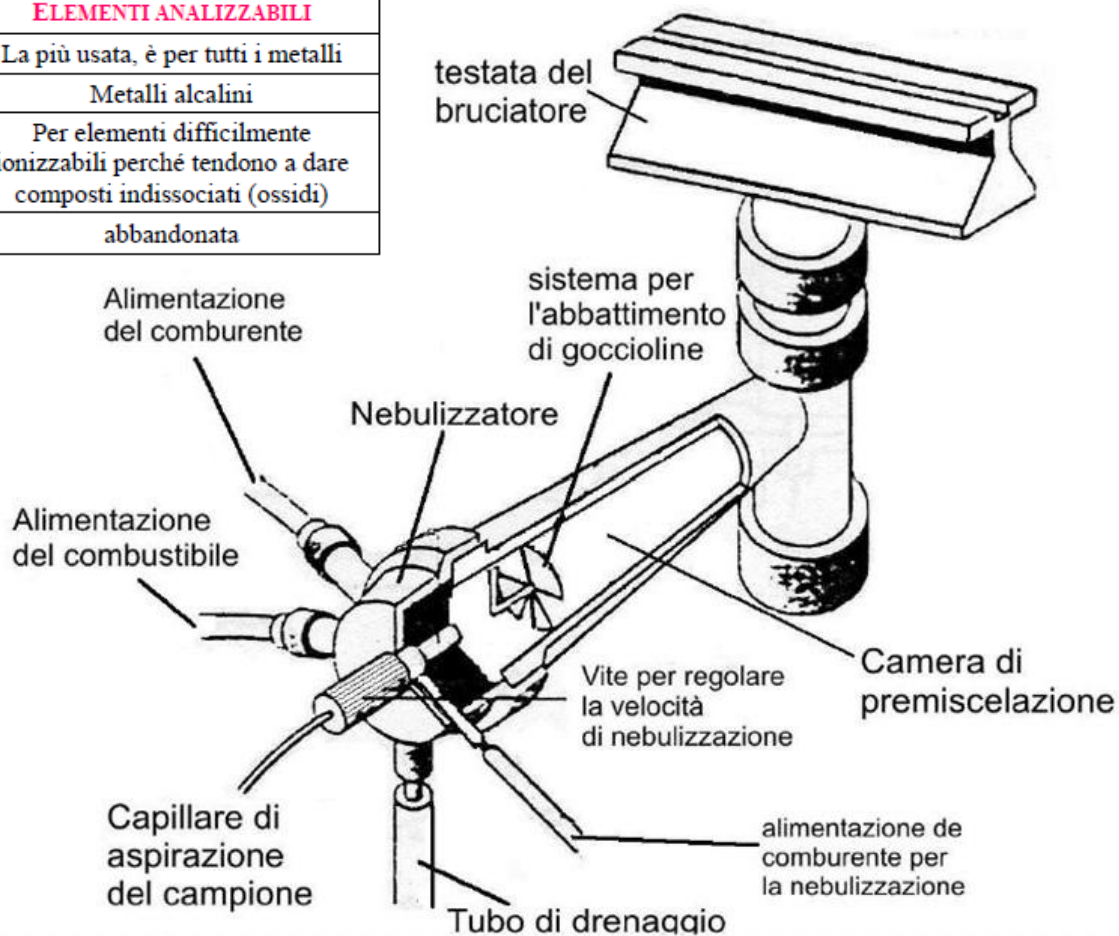
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



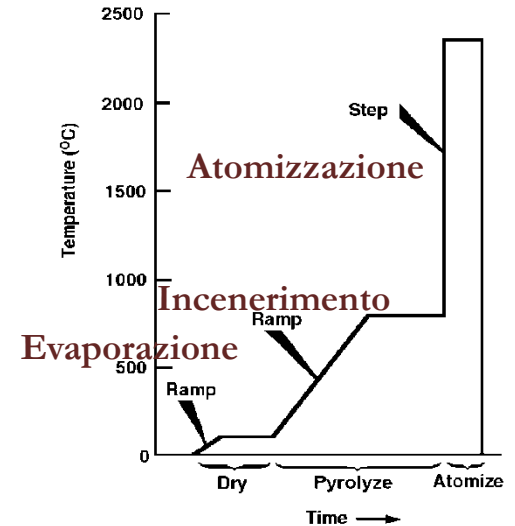
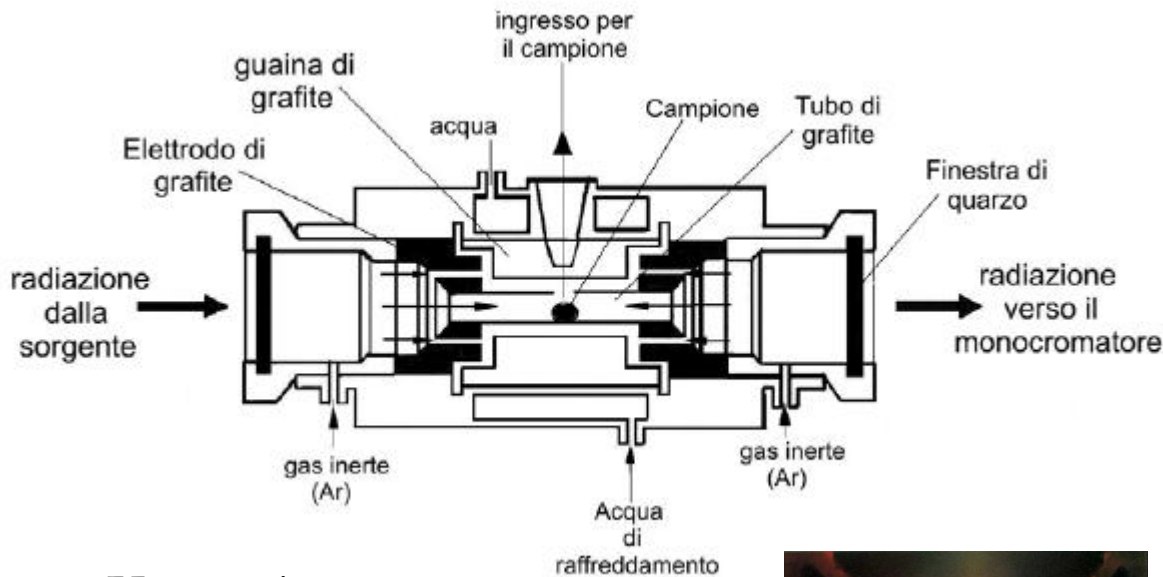
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

TIPO DI FIAMMA	TEMPERATURE RAGGIUNTE	ELEMENTI ANALIZZABILI
Aria - acetilene	≈ 2300° C	La più usata, è per tutti i metalli
Aria - idrogeno	≈ 2050° C	Metalli alcalini
Protossido d'azoto - acetilene	≈ 2800° C	Per elementi difficilmente ionizzabili perché tendono a dare composti indissociati (ossidi)
Aria - propano	≈ 1900° C	abbandonata

Atomizzazione in fiamma



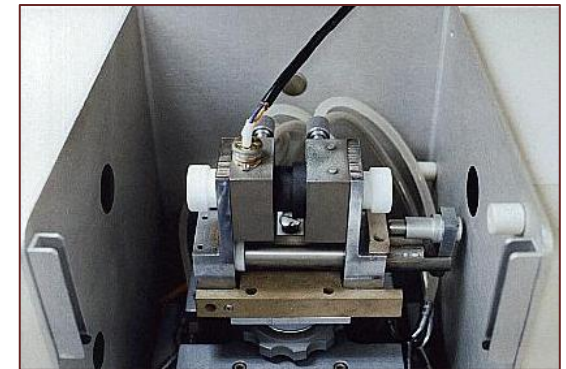
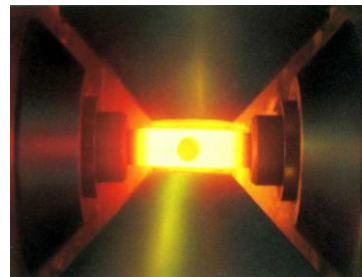
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (GF-AAS)



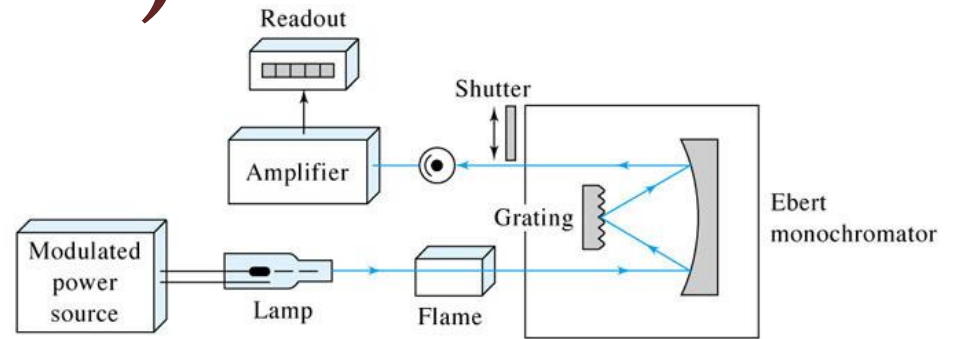
Atomizzazione in fornello di grafite

Vantaggi:

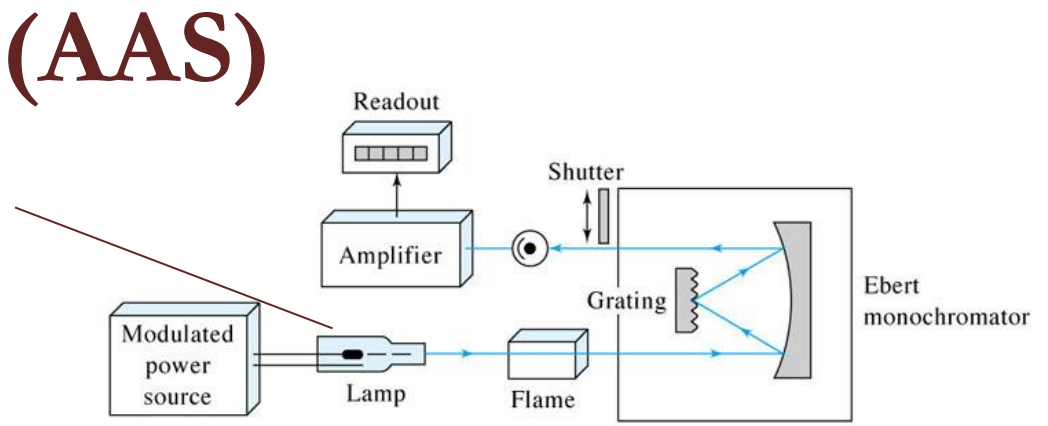
- Aliquote molto piccole di campione
- Limiti di rilevabilità ridotti
- Tempi brevi di analisi



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



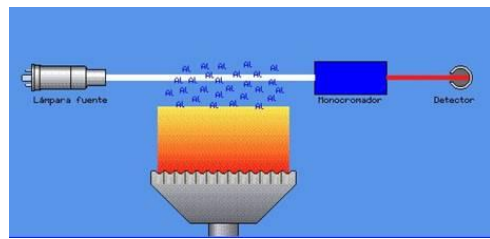
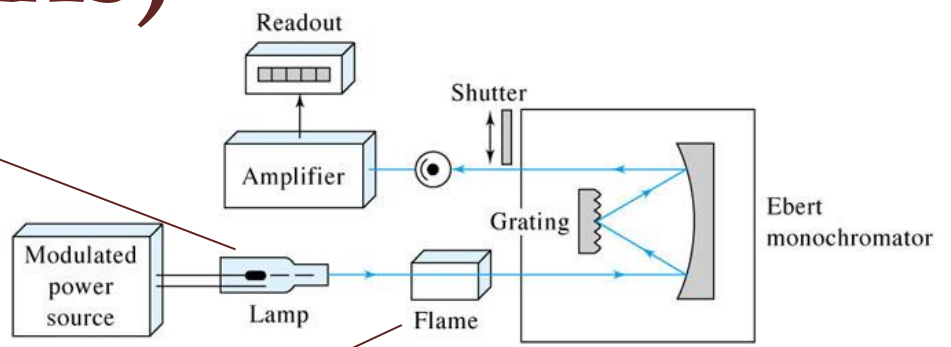
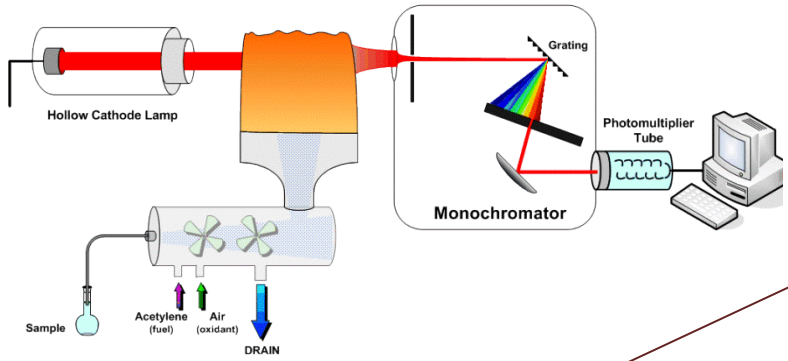
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



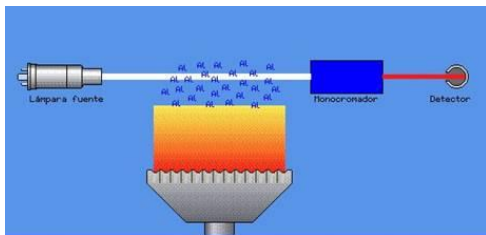
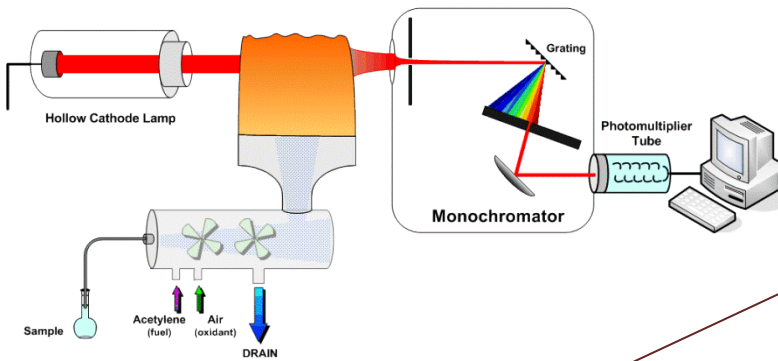
Atomic Absorption Spectroscopy



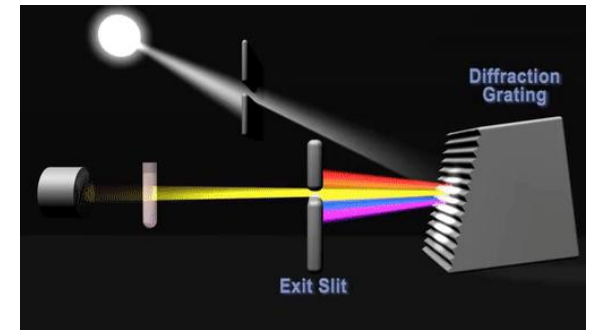
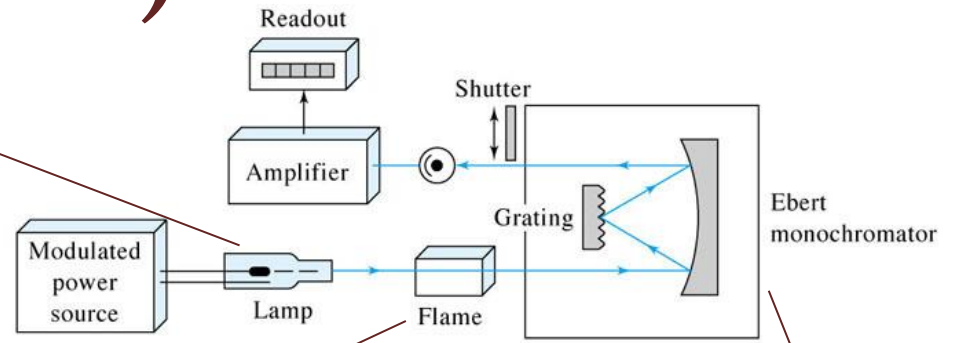
SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



Atomic Absorption Spectroscopy



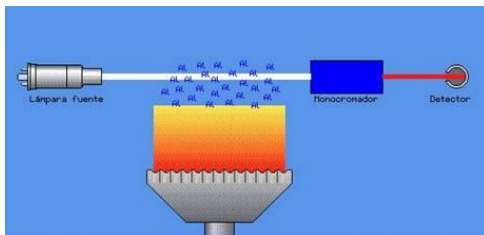
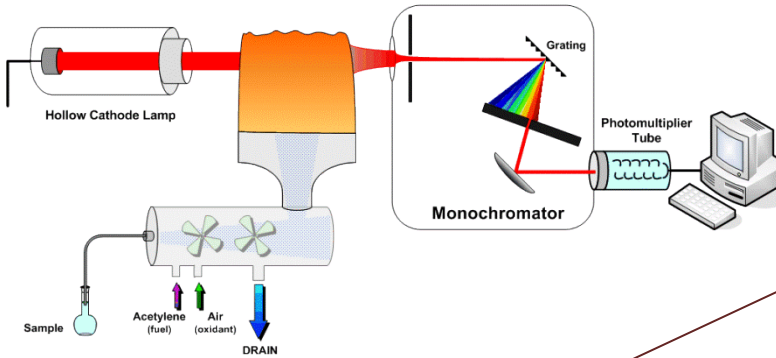
(AAS)



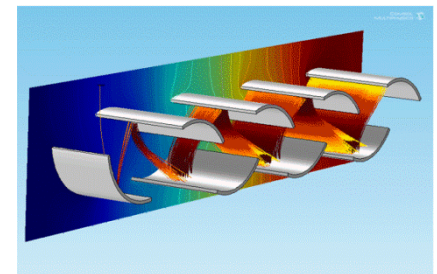
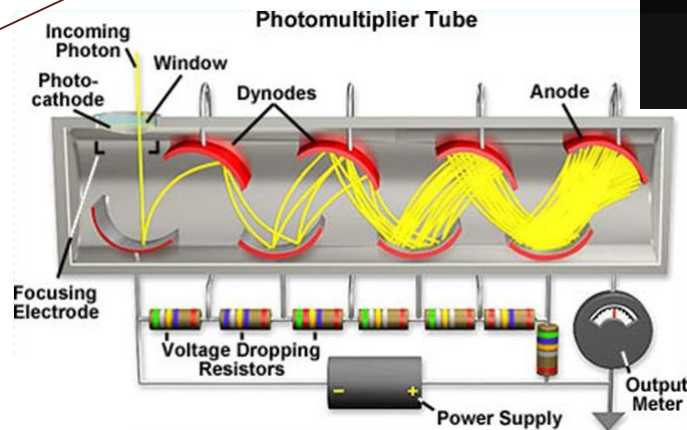
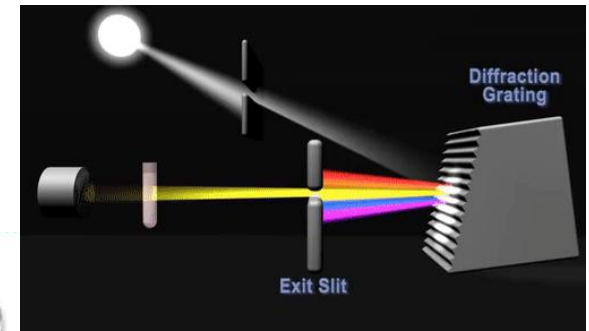
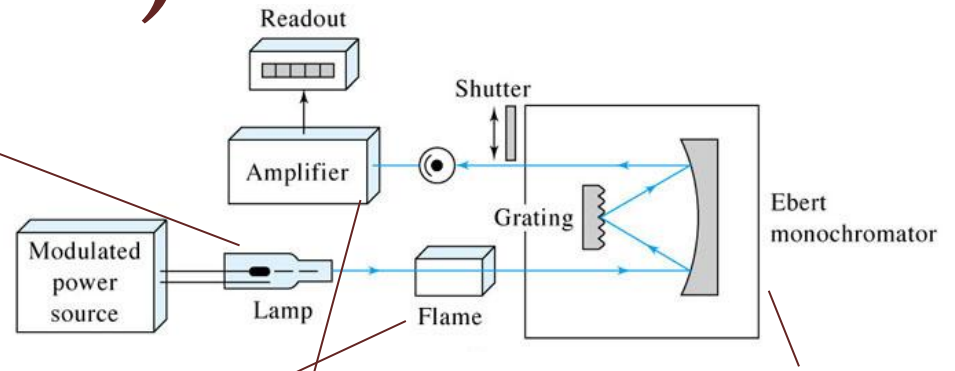
SPECTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)



Atomic Absorption Spectroscopy



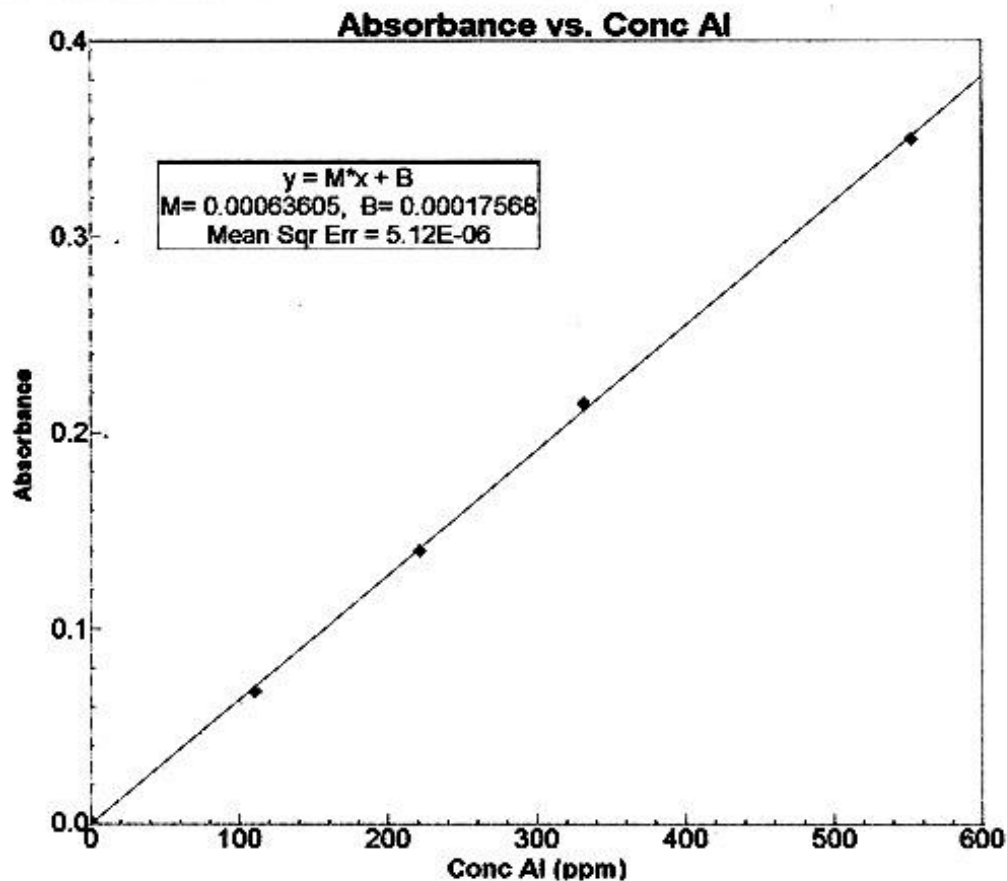
(AAS)



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

Data Set 1: Data		
Row Num	Conc Al (ppm)	Absorbance ()
1	0.00	0.001
2	110.50	0.068
3	221.00	0.140
4	331.50	0.215
5	552.50	0.350
Number	5	5
Mean	243.10	0.155
Min	0.00	0.001
Max	552.50	0.350
Std Dev	212.55	0.135

Calibration Curve for the Determination of Aluminum by Atomic Absorption Spectroscopy

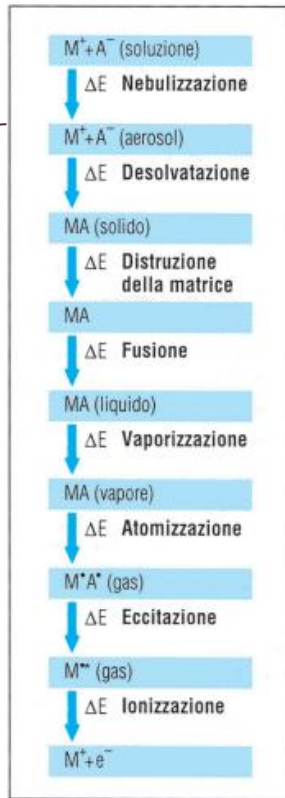
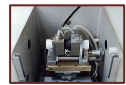
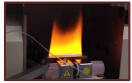


SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

INTERFERENZE

Le interferenze possono essere classificate sostanzialmente in due categorie, sia per sistemi a fiamma sia per il fornetto di grafite:

1. **Interferenze non spettrali** (es. interferenze chimiche e fisiche) che incidono sulla formazione degli atomi dell'analita;
2. **Interferenze spettrali**, dovute all'assorbimento da parte di specie diverse dall'analita, che provocano errori nelle misure di assorbanza.



Fenomeni che si verificano durante l'atomizzazione in fiamma o in fornetto di grafite

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

INTERFERENZE NON SPETTRALI

Interferenze chimiche = dipendono dalla presenza di specie chimiche, nella matrice e nel sistema di atomizzazione, che possono interagire con gli atomi dell'analita formando composti che non danno assorbimento.

Interferenze fisiche = dipendono dalle caratteristiche fisiche (es. viscosità) della matrice in cui è disperso l'elemento da determinare.

Interferenze di ionizzazione = dipendono dalla parziale ionizzazione dell'analita: gli ioni di un elemento, in genere, danno una resa di assorbimento diversa da quella dei suoi atomi e quindi possono interferire nelle analisi.

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

INTERFERENZE SPETTRALI

Interferenze da emissione = dovute all'emissione da parte di particelle che si trovano lungo il cammino ottico.

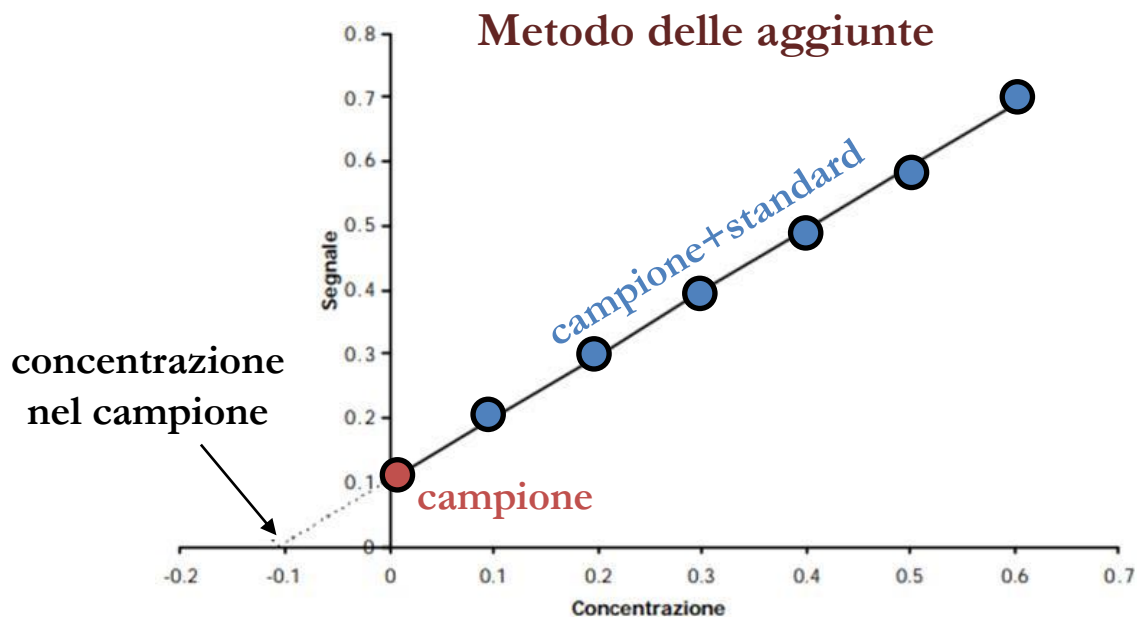
Interferenze atomiche = dipendono dalla presenza nella matrice di un elemento, diverso dall'analita, che dà una riga spettrale vicino alla riga analitica, determinando quindi un aumento dell'assorbanza.

Interferenze molecolari = dipendono dall'assorbimento da parte di specie molecolari (o radicaliche) presenti nella fiamma.

Interferenze di scattering = dipendono dalla presenza in fiamma o nel fornello di grafite di particelle solide o, nel caso della fiamma, di gocce di soluzione non perfettamente vaporizzate che provocano fenomeni di diffusione (scattering), aumentando l'assorbimento.

SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

CORREZIONE DELL'ASSORBIMENTO DI FONDO

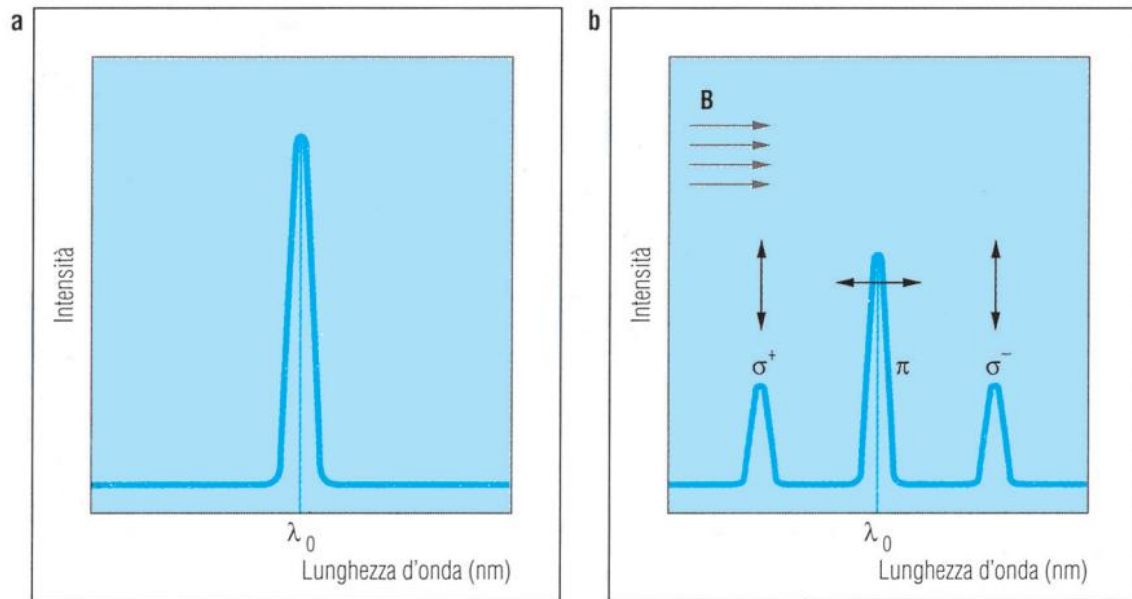


SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

CORREZIONE DELL'ASSORBIMENTO DI FONDO

Sistema Zeeman

Effetto Zeeman. **(a)** Riga spettrale di assorbimento (o emissione) atomico. **(b)** Se si applica un intenso campo magnetico (B) nella direzione indicata dalle frecce grigie, la riga spettrale si suddivide in tre componenti, tutte linearmente polarizzate, ma in direzioni diverse. Le doppie frecce indicano la direzione di oscillazione del campo elettrico (E) associato a ciascuna componente.



SPETTROSCOPIA DI ASSORBIMENTO ATOMICO (AAS)

CORREZIONE DELL'ASSORBIMENTO DI FONDO

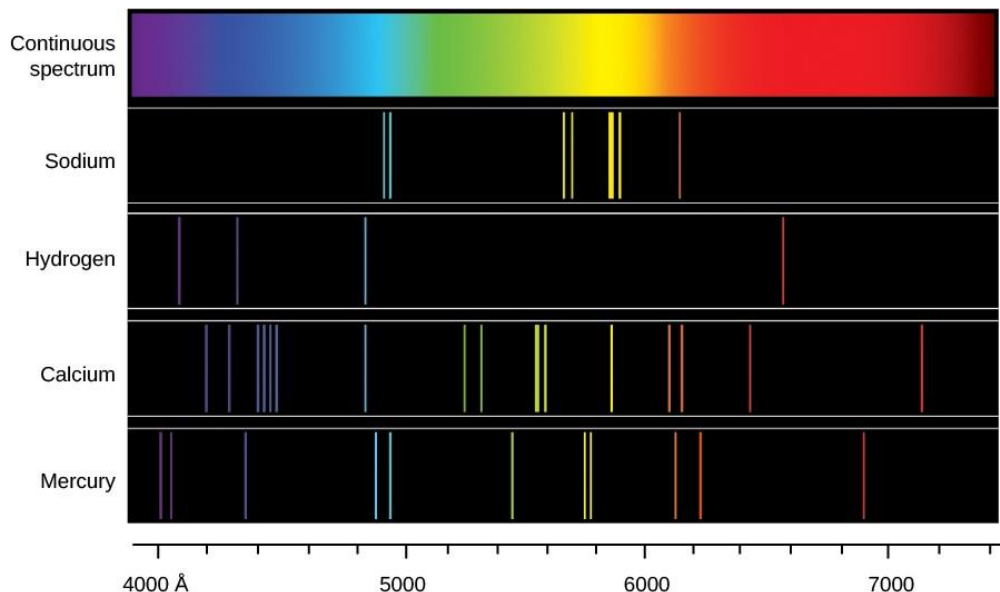
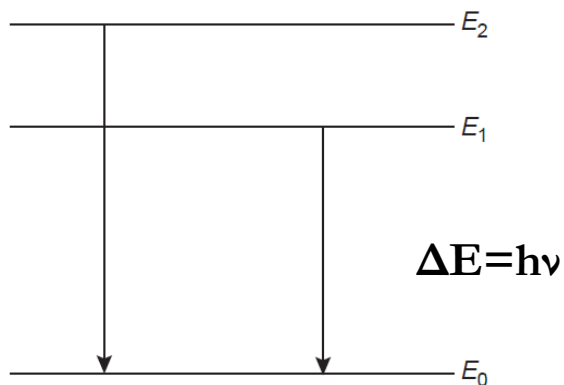
Sistema Zeeman



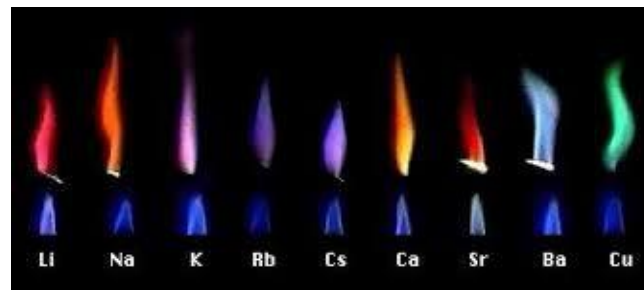
Analizzatore di mercurio
Lumex RA-951M

SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE

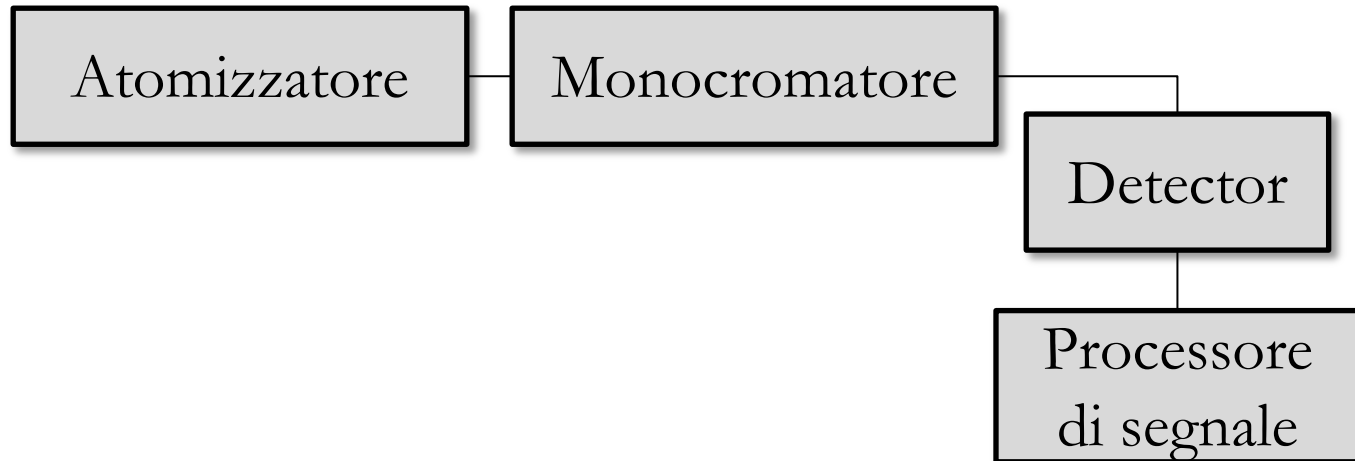
SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE ATOMICA (AES)



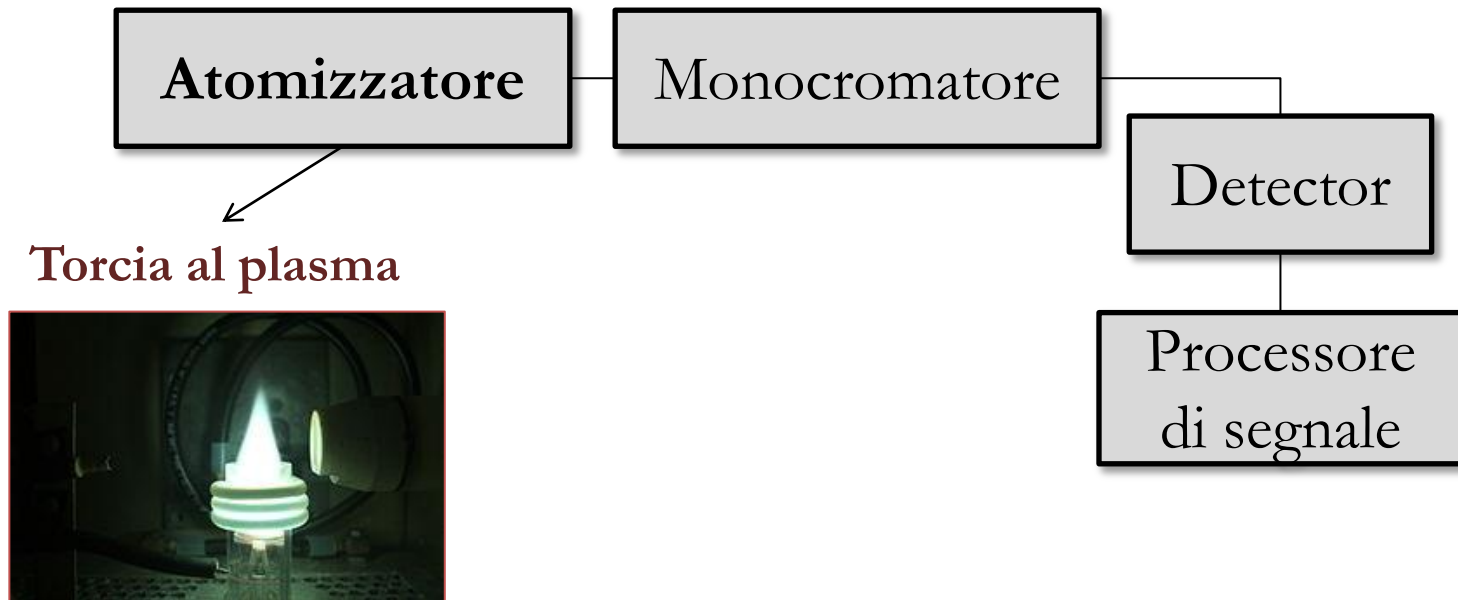
Nella spettroscopia di emissione atomica, vengono analizzate le transizioni elettroniche di atomi e ioni monoatomici tramite l'esame della radiazione elettromagnetica ottenuta con un opportuno processo di eccitazione del campione.



SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE ATOMICA (AES)

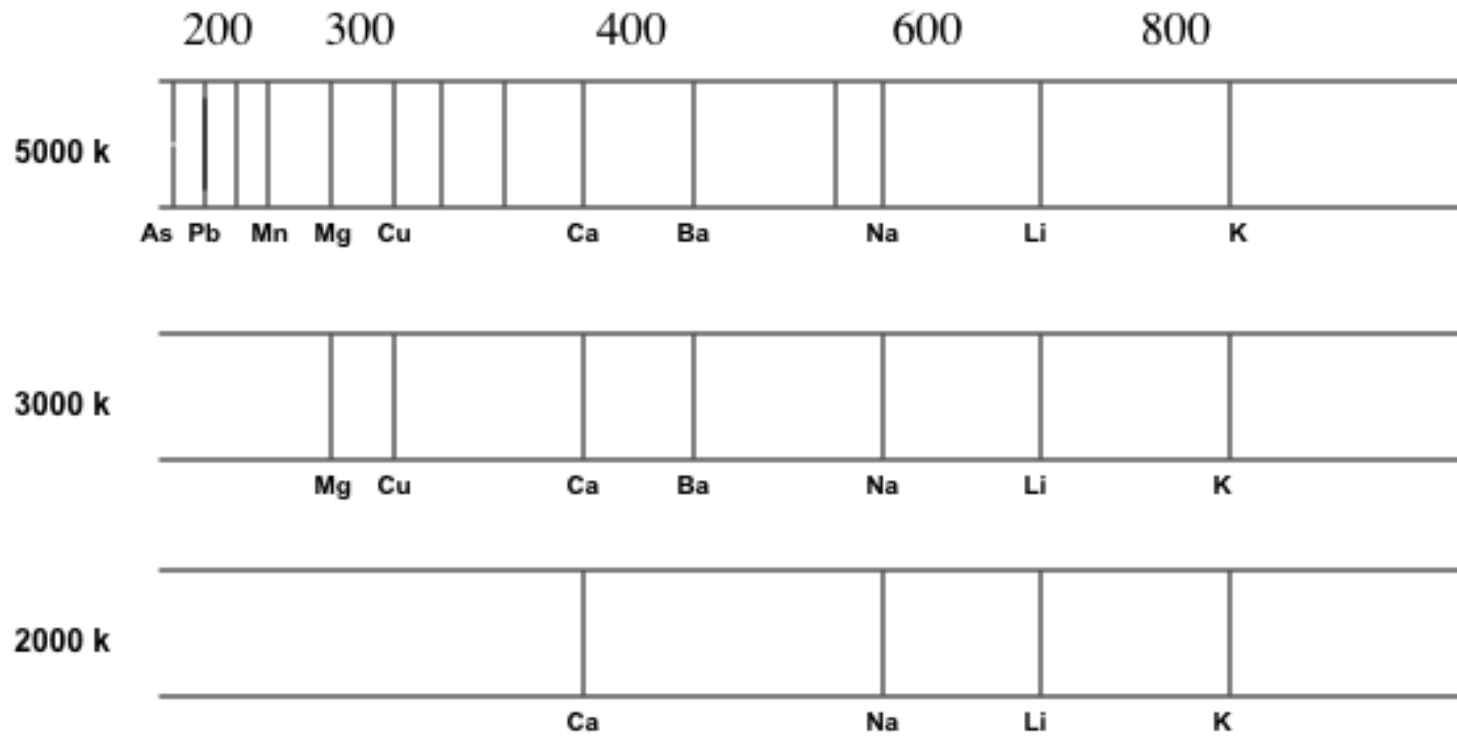


SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE ATOMICA (AES)

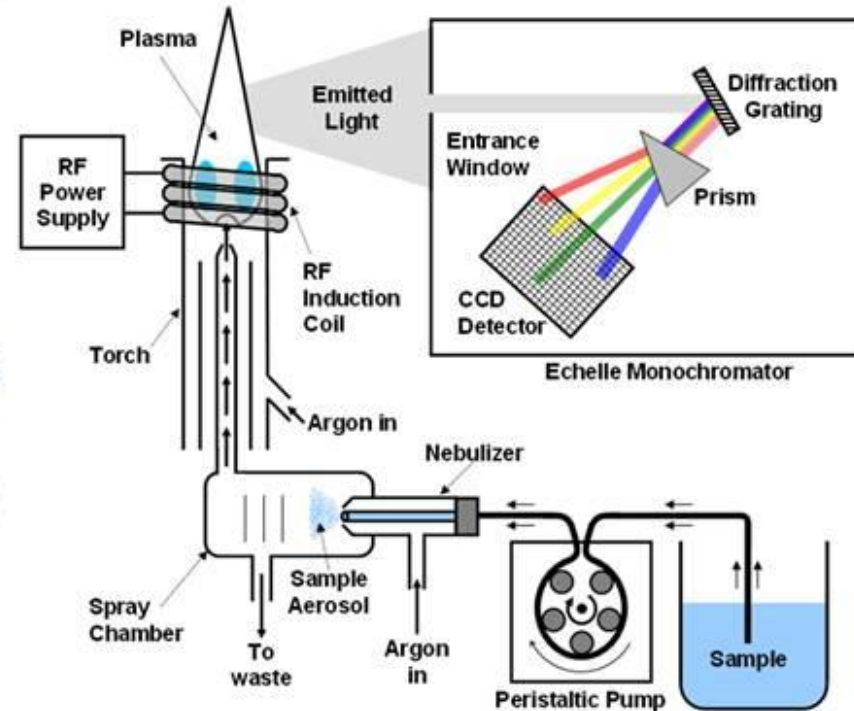
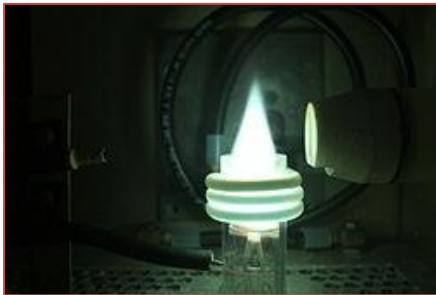
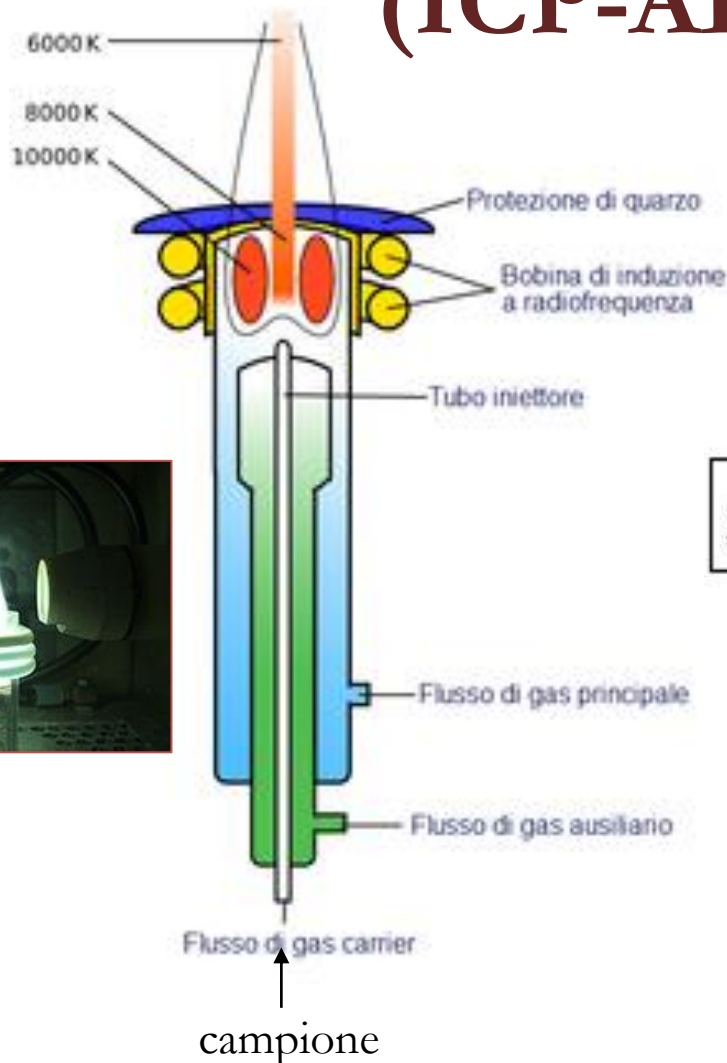


SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE ATOMICA (ICP-AES)

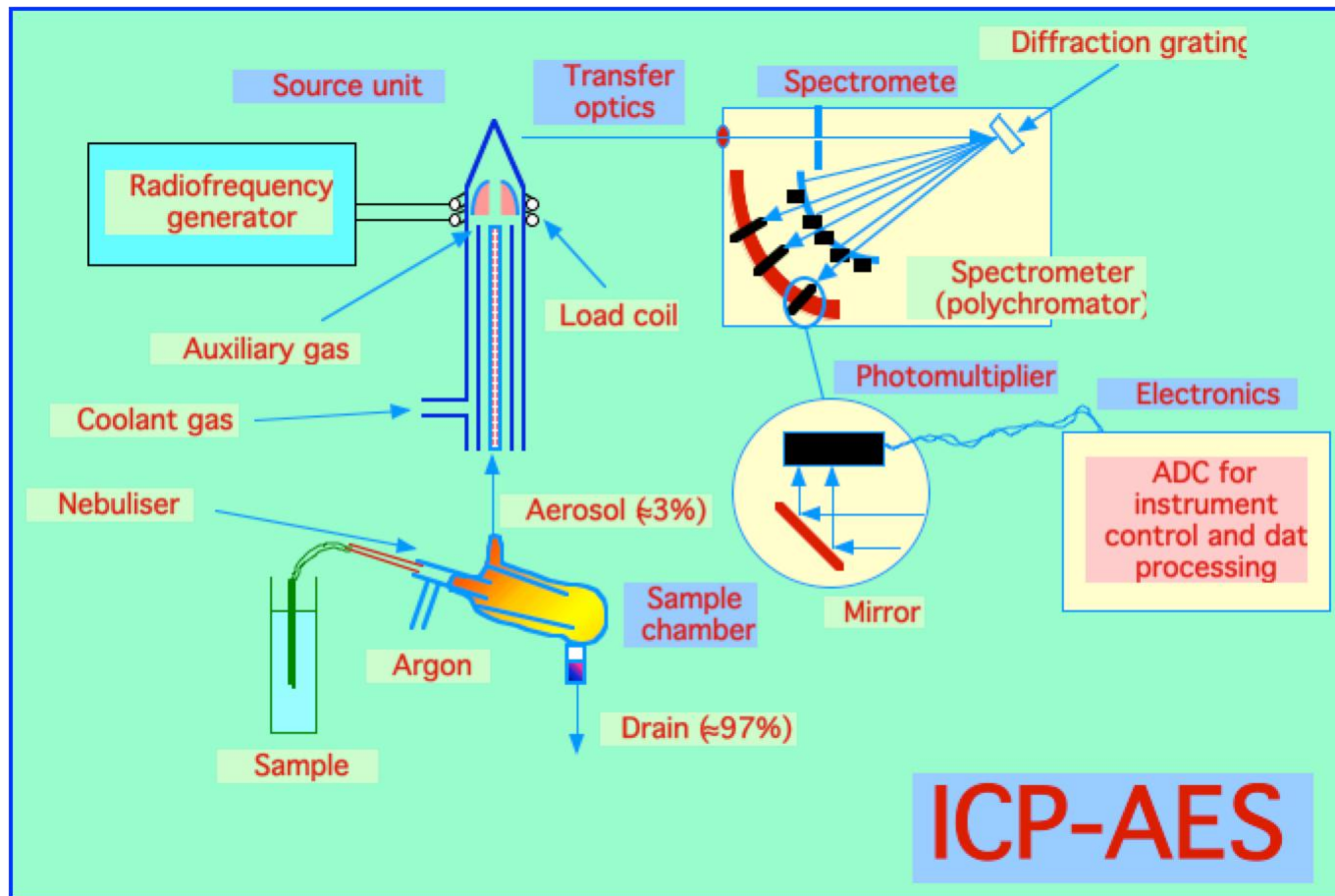
EFFETTO DELLA TEMPERATURA



SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE ATOMICA (ICP-AES)



SPETTROSCOPIA DI EMISSIONE ATOMICA (ICP-AES)



SPETTROSCOPIA DI FLUORESCENZA

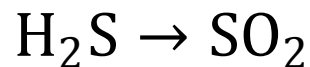
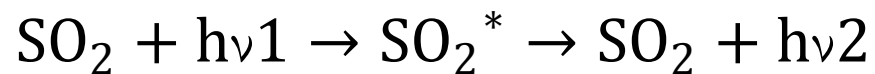
SPETTROSCOPIA DI FLUORESCENZA

La spettroscopia di fluorescenza è una spettroscopia di emissione in cui le molecole dell'analita vengono eccitate dall'irradiazione ad una certa lunghezza d'onda ed emettono radiazione ad una diversa lunghezza d'onda.

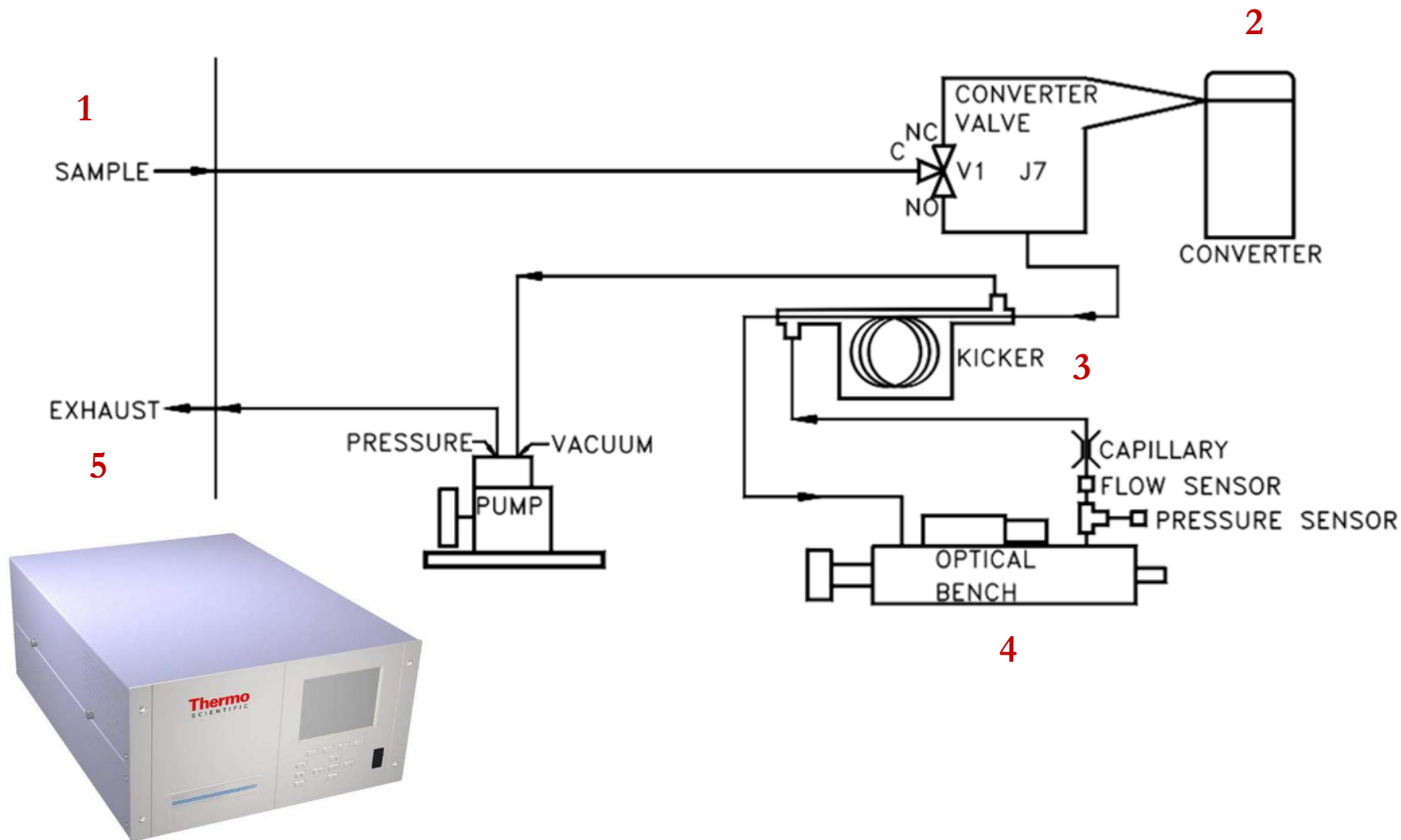


Thermo Scientific Model 450i
Analizzatore a fluorescenza
pulsata di SO₂-H₂S-CS

|
(Combined
Sulfur)



SPETTROSCOPIA DI FLUORESCENZA



SPETTROSCOPIA DI FLUORESCENZA



Superficie
diffusiva



Superficie
adsorbente
(acetato di Zn)

