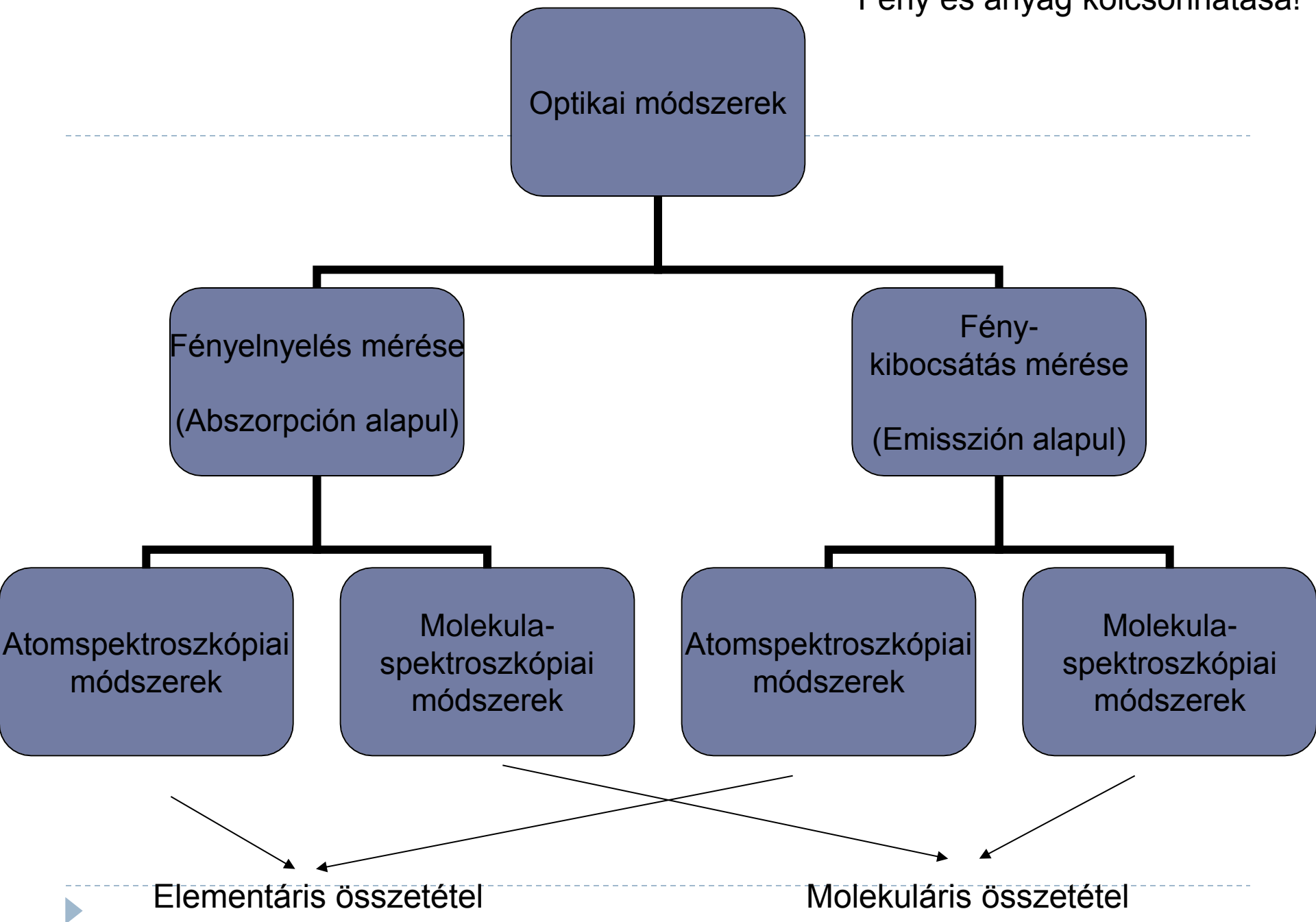


Molekulaspektroszkópiai módszerek

UV-VIS; IR

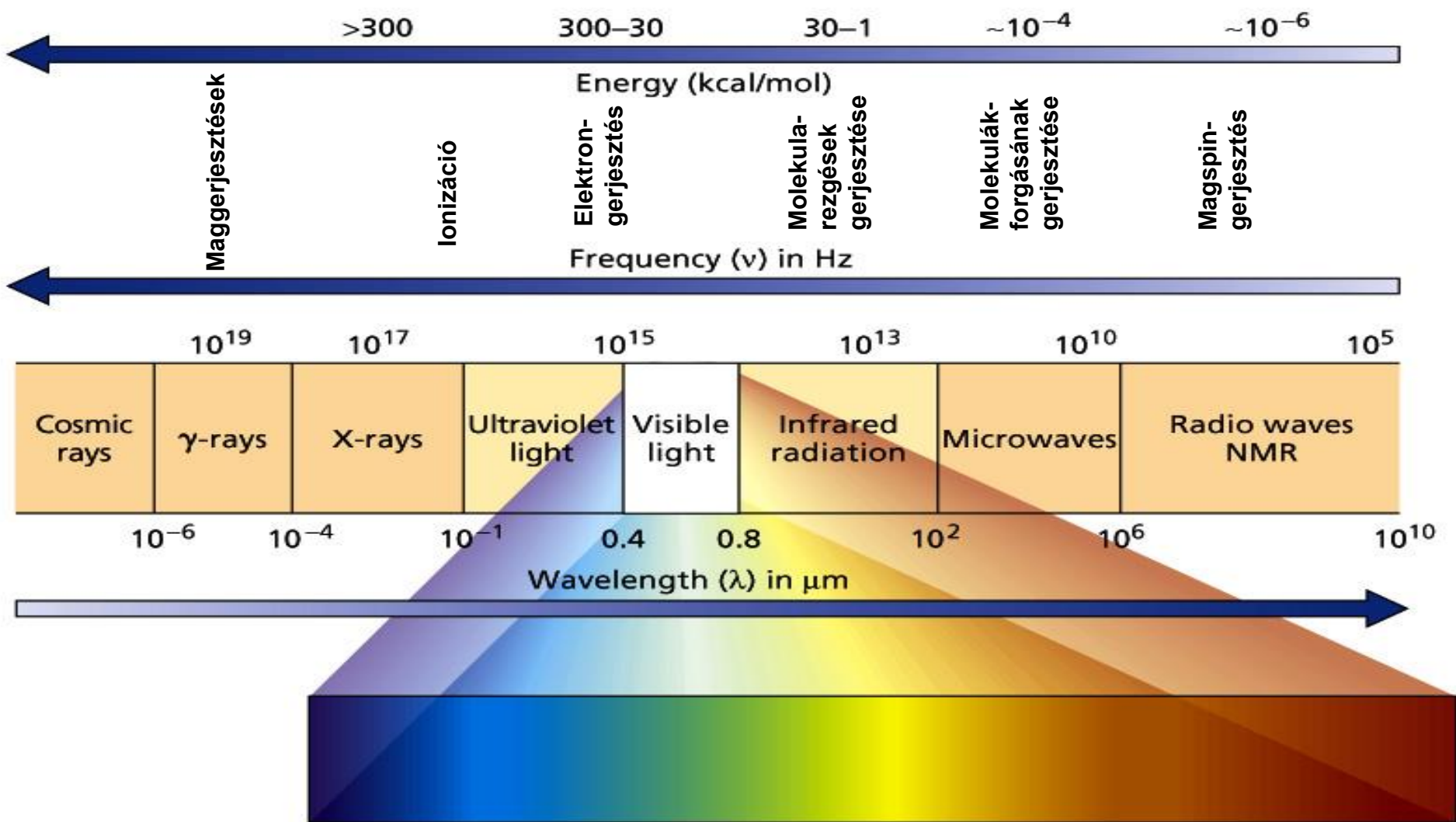


Az elektromágneses sugárzás természete

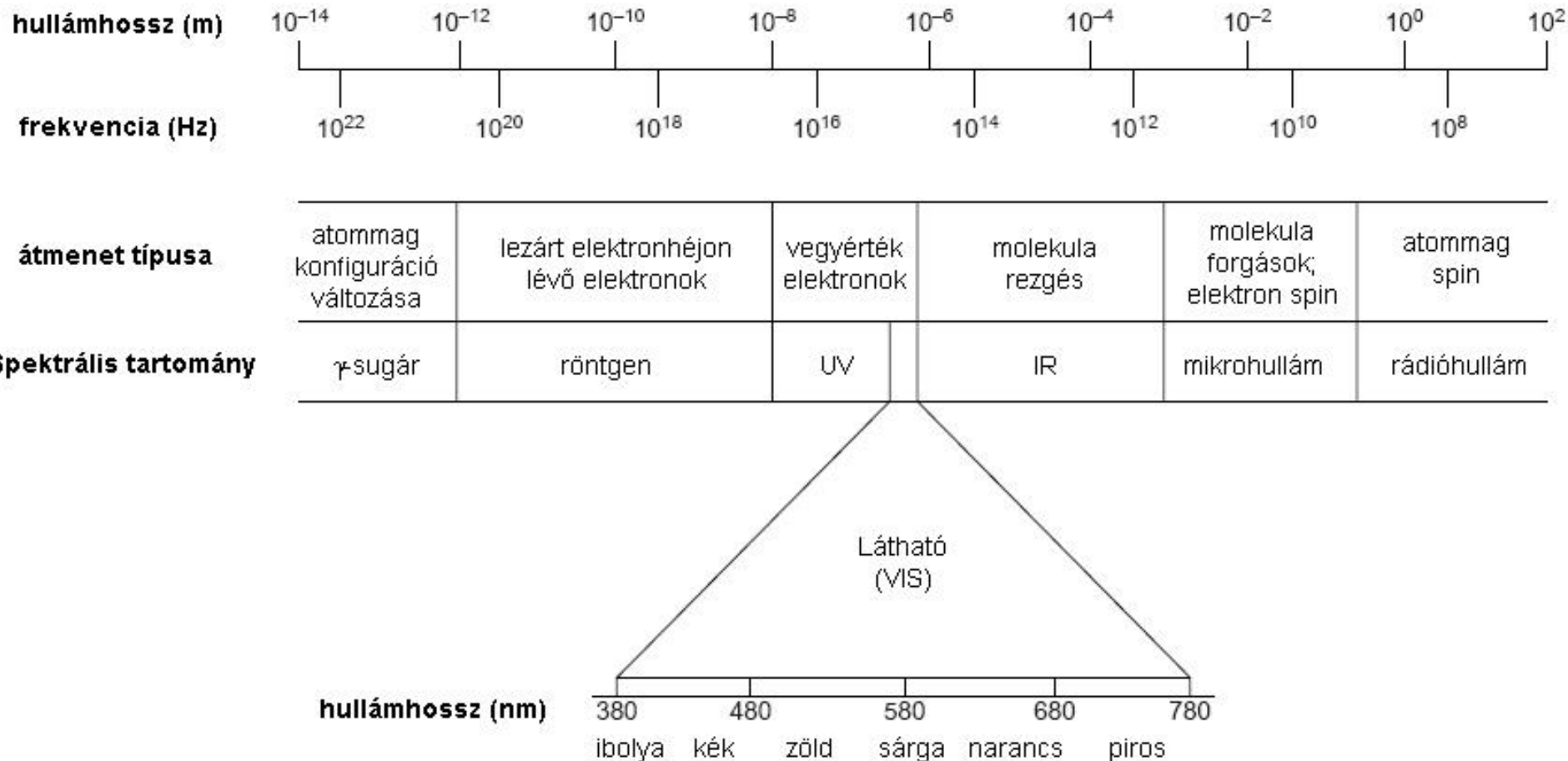
- ▶ **Elektromágneses sugárzás**
 - ▶ olyan energia, amely a térben nagy sebességgel terjed
 - ▶ legközismertebb megjelenési formája a fény és a sugárzó hő
 - ▶ kevésbé közismert változatai a γ - és Röntgen sugarak, az ultraibolya, a mikrohullámú és a rádiófrekvenciás sugárzás
- ▶ **Analitikai kémia által alkalmazott spektroszkópai módszerek**
 - ▶ UV,VIS, IR tartományt használják leggyakrabban elemzésre
 - ▶ Röntgensugárzást: pl.: a szerves kémiában, a szerkezetkutatásban pl. fehérje-térszerkezet meghatározása



A különféle energiájú és hullámhosszúságú elektromágneses sugarak sorozata az **elektromágneses spektrum**.



Az elektromágneses sugárzás főbb spektrális tartományai és az energia-átmenetek típusai



Elektromágneses sugárzás fajtája		Hullámhossz (levegőben) λ (nm)	Frekvencia ν (Hz)	Egy kvantum energiája E (J)
Gamma		$5 \cdot 10^{-4} - 3 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{20} - 3 \cdot 10^{19}$	$4 \cdot 10^{-13} - 1,9 \cdot 10^{-14}$
Röntgen		$10^{-2} - 10$	$3 \cdot 10^{19} - 3 \cdot 10^{16}$	$1,9 \cdot 10^{-14} - 1,9 \cdot 10^{-17}$
Ultraibolya		10–380	$3 \cdot 10^{16} - 7,9 \cdot 10^{14}$	$1,9 \cdot 10^{-17} - 5,2 \cdot 10^{-19}$
Látható		380–780	$7,9 \cdot 10^{14} - 3,8 \cdot 10^{14}$	$5,2 \cdot 10^{-19} - 2,5 \cdot 10^{-19}$
Infravörös	Közeli	780–1000	$3,8 \cdot 10^{14} - 3 \cdot 10^{14}$	$2,5 \cdot 10^{-19} - 1,9 \cdot 10^{-19}$
	Analitikai	$10^3 - 3 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^{14} - 10^{13}$	$1,9 \cdot 10^{-19} - 6,6 \cdot 10^{-21}$
	Távoli	$3 \cdot 10^4 - 3 \cdot 10^5$	$10^{13} - 10^{12}$	$6,6 \cdot 10^{-21} - 6,6 \cdot 10^{-22}$
Mikrohullámok		$3 \cdot 10^5 - 10^9$	$10^{12} - 3 \cdot 10^8$	$6,6 \cdot 10^{-22} - 2 \cdot 10^{-25}$
Rádióhullámok		$10^9 - 10^{12}$	$3 \cdot 10^8 - 3 \cdot 10^5$	$2 \cdot 10^{-25} - 2 \cdot 10^{-29}$

← nő

← csökken

← csökken



Az elektromágneses sugárzás természete

- ▶ Az elektromágneses sugárzás nagyon sokféle módon léphet kölcsönhatásba az anyaggal,
- ▶ Spektroszkópiai módszerek, amelyek
 - ▶ az elektromágneses sugárzás előállításával
 - ▶ alkalmazásával
 - ▶ mérésével foglalkoznak.



Az elektromágneses sugárzás természete

- ▶ A fényt egyszerre jellemzik hullám és részecskesajátságok
- ▶ A sugárzás terjedésének sebessége:

$$v = \nu \cdot \lambda$$

- ▶ A sugárzás frekvenciája (a kibocsátó forrás határozza meg) változatlan
- ▶ A sebesség a közeg anyagi minőségétől függ
- ▶ Vákuumban az elektromágneses sugárzás terjedési sebessége (c) maximális
- ▶ Levegőben

$$c = \nu \cdot \lambda = 3.00 \times 10^8 \text{ m/s} = 3.00 \times 10^{10} \text{ cm/s}$$

- ▶ Ha az elektromágneses sugárzás vákuumból egy másik közegbe lép, a sebessége csökken, frekvenciája változatlan marad




Az elektromágneses sugárzás természete

- ▶ Einstein-féle ekvivalencia elv szerint

- ▶ a foton energiája

$$E_{\text{foton}} = h \cdot \nu = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

- ▶ Ahol h : Planck állandó: $6,63 \cdot 10^{-34}$ Js

- ▶ az elektromágneses sugárzásban hullámként terjedő energia más részecskéknek, testeknek átadható
 - ▶ a fotonnak az energiáját energiakvantumnak vagy kvantumnak nevezzük
-
- 

A fényenergia és az anyag kölcsönhatása

- ▶ A fényenergia és az anyag kölcsönhatása során az energia felvétel a sugárzás hullámhosszától függően okoz változást az anyagban.
- ▶ Az anyagok belső energiaváltozása kvantált.

$$\Delta E = E_{\text{foton}}$$



Fény és anyag kölcsönhatása

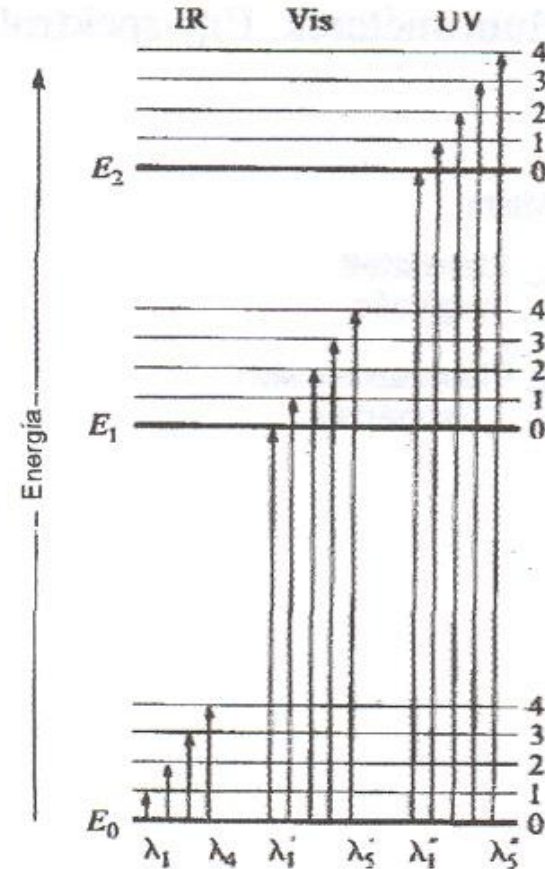
- ▶ A molekula teljes energiaváltozása, az elektromágneses sugárzásból felvett teljes energia nagysága :

$$\Delta E = \Delta E_{\text{elektron}} + \Delta E_{\text{rezgési}} + \Delta E_{\text{forgási}}$$

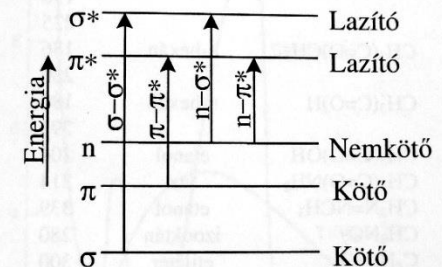
- ▶ A háromféle típusú energiaváltozás mértéke között nagyságrendi eltérések vannak:

$$\Delta E_{\text{elektron}} \approx 10 \Delta E_{\text{rezgési}} \approx 100 \Delta E_{\text{forgási}}$$

(a) Molekuláris abszorpció



$\sigma \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \pi^*$ és $\pi \rightarrow \pi^*$



38. ábra. Molekulapályák és különböző típusú elektronok energiaszintjei.

Fény és anyag kölcsönhatása

- ▶ A kvantumelmélet kimondja, hogy az atomok és molekulák belső energiái csak meghatározott diszkrét értékek lehetnek, így a felvett és leadott fotonok energiája is csak valamilyen diszkrét értéket vehet fel.

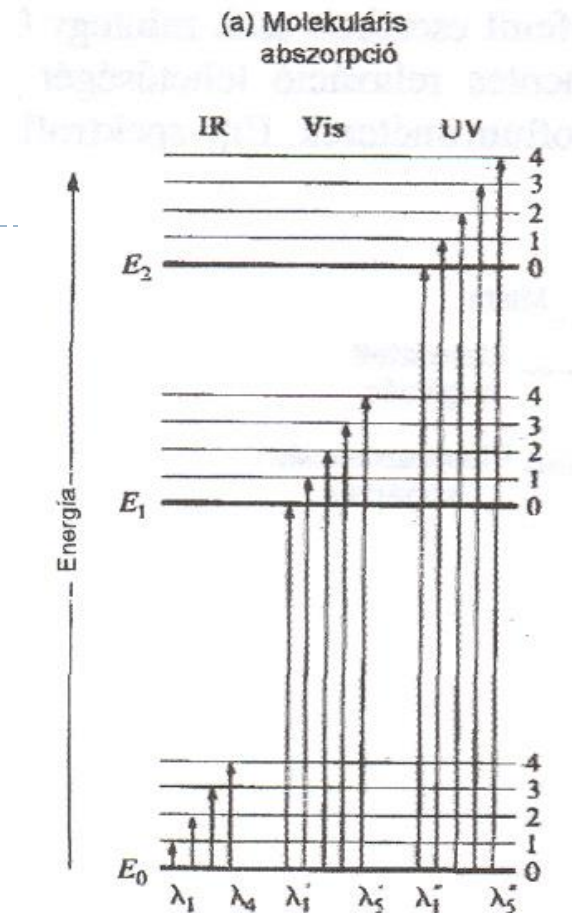
$$E_{\text{foton}} = |E_2 - E_1|$$

- ▶ Így a kibocsátott foton energiája a kibocsátó részecske energiaszintjei közötti különbség, ill. a felvett foton energiája a részecske két energiaszintje közötti különbséget lehet.
- ▶ Egy adott elektromágneses sugárzás **hullámhosszából az anyagi minőségre**,
- ▶ a **fotonok számából** (fény intenzitás) pedig a kölcsönhatásban résztvevő részecskék számára, azaz a **koncentrációra** lehet következtetni

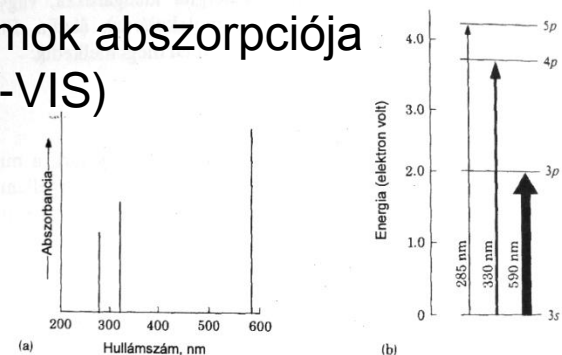


Fény és anyag kölcsönhatása

- ▶ **Spektrum:** az anyagi minőségre jellemző elnyelt (vagy kibocsátott) különböző intenzitású és hullámhosszú fénysugarak sorozata
- ▶ Ha a molekulát
 - ▶ mikrohullám vagy távoli infravörös hullám éri
 - ▶ csak a rotációs energia átmenetekben történik változás, a molekulaszpektrum vonalas lesz
 - ▶ analitikai, közeli analitikai sugárzás éri
 - ▶ rotációs és vibrációs energia átmenetek történnek, ekkor a molekulaszpektrum sávos lesz
 - ▶ látható, ultraibolya spektrumtartomány éri
 - ▶ elektronenergia átmenetek gerjesztődnek, e mellett a vibrációs és a rotációs szinteken is történik változás. A molekulaszpektrum folytonos lesz

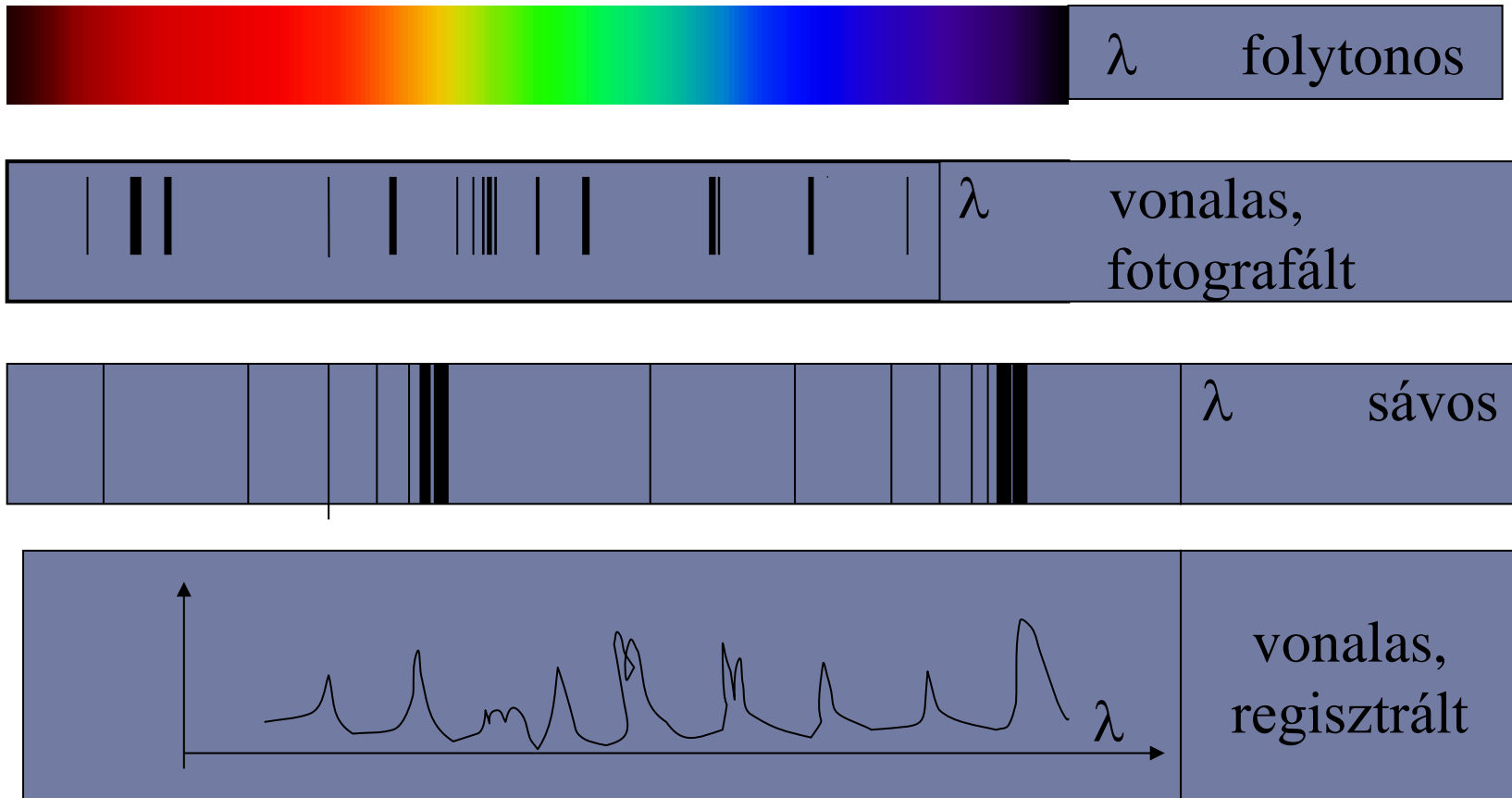


Atomok abszorpciója (UV-VIS)



10. ábra. a. Na-gőz abszorpciós spektruma, b. Nátrium részleges energiaszint-diagramja.

Színkép



Színképelemzés készülékei

γ és röntgen tartomány	Spektrométer
optikai (UV-VIS) tartomány EMISSZIÓ	Spektroszkóp Spektrográf Spektrométer
optikai (UV-VIS) tartomány ABSZORPCIÓ	Koloriméter Fotométer Spektrofotométer
infravörös	Spektrofotométer



Molekulaspektroszkópiai módszerek

Abszorpciós módszerek

UV, VIS, IR Fotometria, spektrofotometria

- ▶ Mintán (oldatokon) keresztülhaladó fénysugarak elnyelődésének mértékével foglalkozik
- ▶ egy meghatározott hullámhosszúságra adjuk meg a jellemző fizikai mennyiségeket
- ▶ Spektrofotometria: a spektrálisan felbontott sugárzás intenzitásának mérésével foglalkozik
- ▶ A spektrokémiai analitikai módszerek
 - ▶ az anyag által kibocsátott elektromágneses sugárzás intenzitásának mérésén → emissziós módszerek
 - ▶ az anyag és elektromágneses sugárzás kölcsönhatása során jelentkező abszorpció mérésén alapulnak → abszorpciós módszerek



▶ Az abszorpciós spektrum

- ▶ maximuma a molekula szerkezetére, minőségére

- ▶ Intenzitása a mennyiségére utal.

- ▶ infravörös sugárzással kapcsolatos mérések az anyagi minőség meghatározására alkalmas módszerek

- ▶ UV, illetve VIS sugárzással kölcsönhatásba hozva, mennyiségi meghatározások végezhetők

▶ + Probléma:

- ▶ az oldószernek, küvetta falának is lehet fényelnyelése

- ▶ UV-VIS tartományban: víz, metanol, hexán, stb. gyakorlatilag nem abszorbeálnak

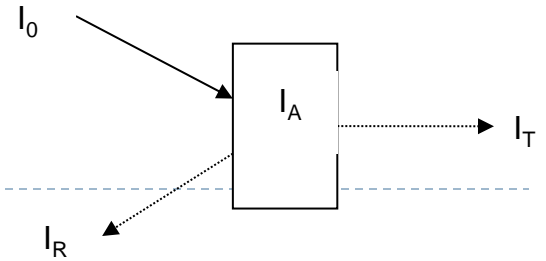
- ▶ IR tartományban: leginkább a (szén-tetrakloridot) és szén-diszulfidot alkalmazzák.



Fényelnyelés törvényei

$$I_0 = I_A + I_T + I_R$$

ahol:



I_0 : beeső fény intenzitása
 I_A : az elnyelt fény intenzitása
 I_T : az áteresztett fény intenzitása
 I_R : visszavert fény intenzitása

- ▶ **Transzmittancia (áteresztési tényező)**: az áteresztett fény intenzitásának és a beeső fény intenzitásának hányadosa

$$T = \frac{I_T}{I_0} \quad T\% = \frac{I_T}{I_0} \cdot 100$$

- ▶ **Abszorpció (fényelnyelési tényező)**: az anyag által elnyelt fény intenzitásának és a beeső fény intenzitásának hányadosa

$$A = \frac{I_A}{I_0}$$

$$T + A = 1$$

- ▶ Az anyag rétegvastagságának növekedésével az áteresztett fénysugár intenzitása nem egyenes arányban hanem exponenciálisa csökken.
 - ▶ Ezért a transzmittancia tízes alapú negatív logaritmusát képezzük, ami már egyenes arányossággal változik a rétegvastagsággal, amit abszorbanciának [A] vagy régebbi nevén extinkciónak [E] nevezünk.

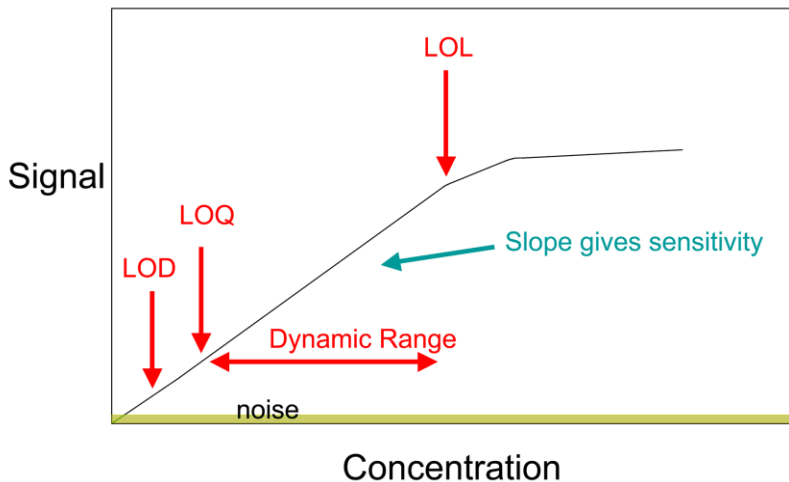
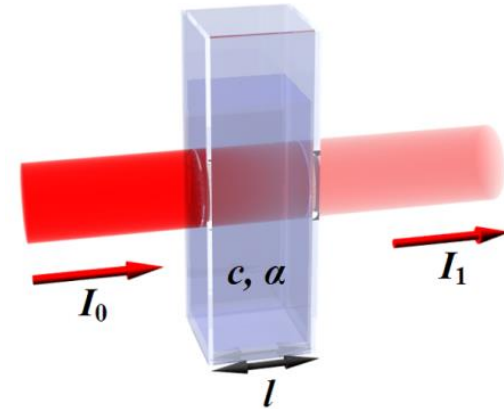
Fényelnyelés törvényei

$$A = -\lg T = \lg \frac{1}{T} = \lg \frac{I_0}{I_T}$$

- ▶ Lambert-Beer törvény (híg oldatokra)

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon \cdot c \cdot l$$

ahol:



A: abszorbancia (más néven extinkció)
 I_0, I : a beeső és a kimenő fény intenzitása,
 ε : a moláris abszorpciós koefficiens ($\text{dm}^3/\text{mol} \cdot \text{cm}$),
 c : a molkoncentráció (mol/dm^3),
 l : a rétegvastagság (cm),
azaz a fénysugár mintában megtett úthossza

Spektrofotometria

- ▶ Spektrofotométer: az **abszorpciós** spektrofotometriában felhasznált készülékek
- ▶ Fő részei
 - ▶ fényforrás
 - ▶ fényfelbontó egység, rés
 - ▶ mintatartó
 - ▶ érzékelő
 - ▶ adatgyűjtő és feldolgozó egység



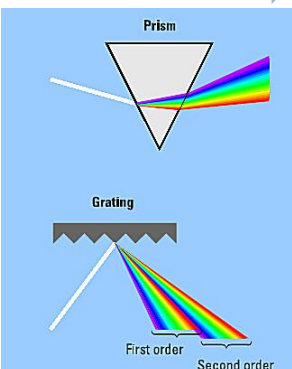
UV-VIS Spektrofotometria

▶ *Fényforrás*

- ▶ ultraibolya tartományban kisfeszültségű hidrogén vagy deutérium lámpa
- ▶ látható tartományban wolfrám szálal vagy wolfrám-halogén izzólámpa
- ▶ a fényforrással szembeni követelmény
 - ▶ a mérés alatt állandó intenzitású spektrumot adjon – az adott hullámhossz tartományban

▶ *Fényfelbontó egység*

- ▶ a fényforrás spektrumát monokromatikus nyalábokra bontja
- ▶ a monokromátor fő része
 - ▶ a prizma vagy a rács
 - ▶ lencsék és a tükrök,
- ▶ A prizma az UV tartományban kvarcból, a VIS tartományban üvegből készült
- ▶ Az optikai rácsok a fényáteresztők, a reflexiósok, stb. csoportjába sorolhatók. Gyakran alkalmazzák az ún. Échlette reflexiós rácsot, (előnye a kicsi fényvesztés)



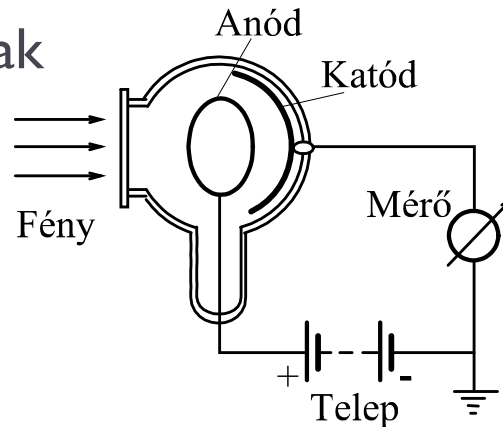
UV-VIS Spektrofotometria

▶ *Mintatartó*

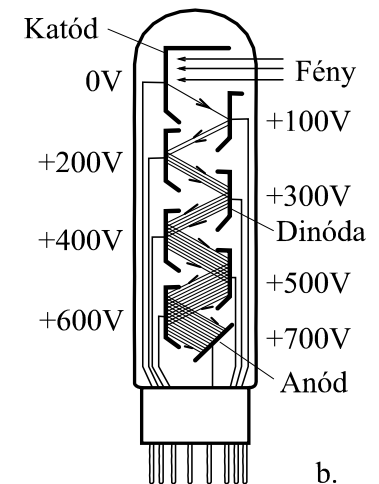
- ▶ UV tartományban kvarc
- ▶ VIS tartományban üveg
- ▶ A küvetták a rétegvastagságban is különbözhetnek egymástól. (1 cm-eseket használnak ált., az 5 cm-es vastagságúak ált. gázküvetták)

▶ *Érzékelő (detektor)*

- ▶ a fényintenzitás mérésére alkalmasak
 - ▶ Fotocellák (a)
 - ▶ Fotoelektronsokszorozók (b)
 - ▶ Fényelemek
 - ▶ Fotodiódák



a.



b.

(a) SPEKTRIFOTOMETRIA

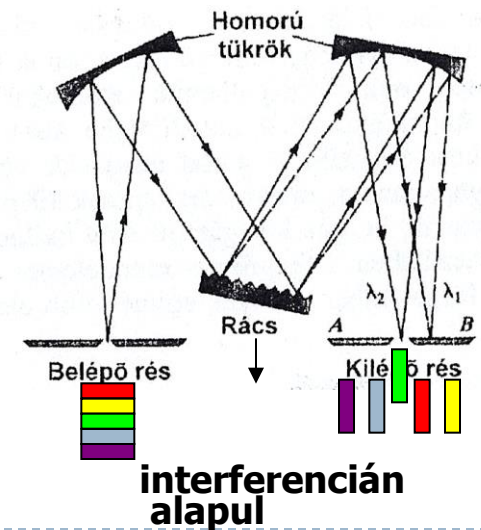
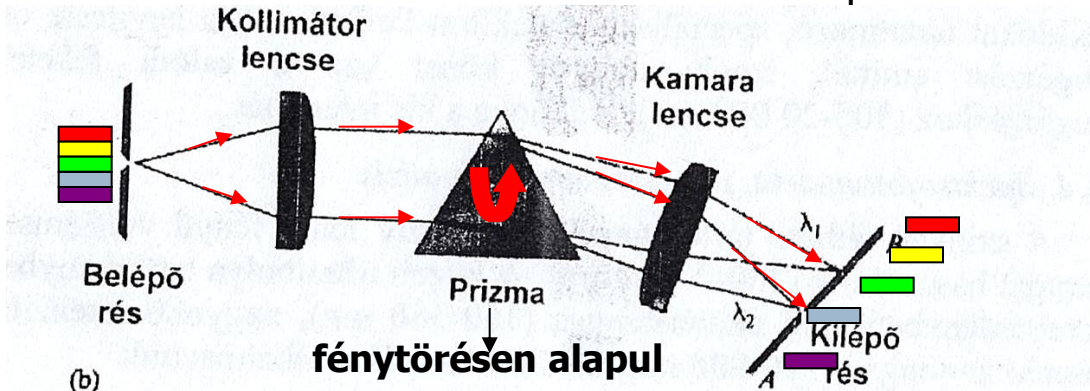
I. (a) SPEKTRIFOTOMETRIA MŰSZER



- ① ■ Deutérium lámpa → UV tartomány (220 – 380 nm)
- Volframszálas lámpa → VIS tartomány (380 – 1100 nm)

- ② ■ kevert (polikromatikus) fényt felbontja hullámhossz szerint

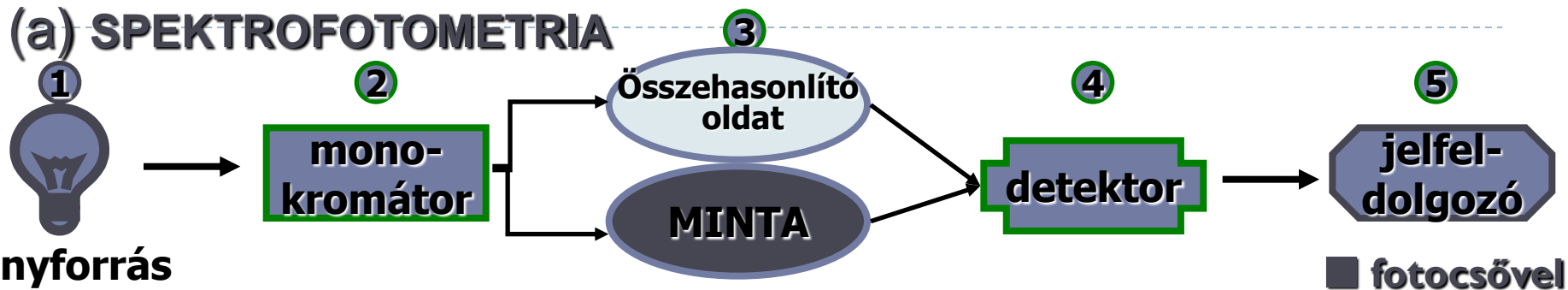
Részei : | belépő rés | gyűjtő lencse | fényfelbontó prizma | gyűjtő lencse | kilépő rés |
tükrök | rác | tükrök



A prizma, vagy rác forgatásával a kilépő résen csak λ_1 , v. λ_2 , v. λ_3 ... hullámhosszú fény jön ki.

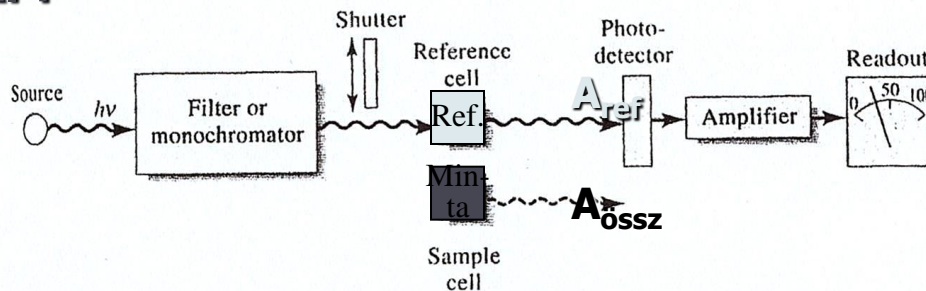
MŰSZER SPEKTROFOTOMETRIA

I. (a) SPEKTROFOTOMETRIA

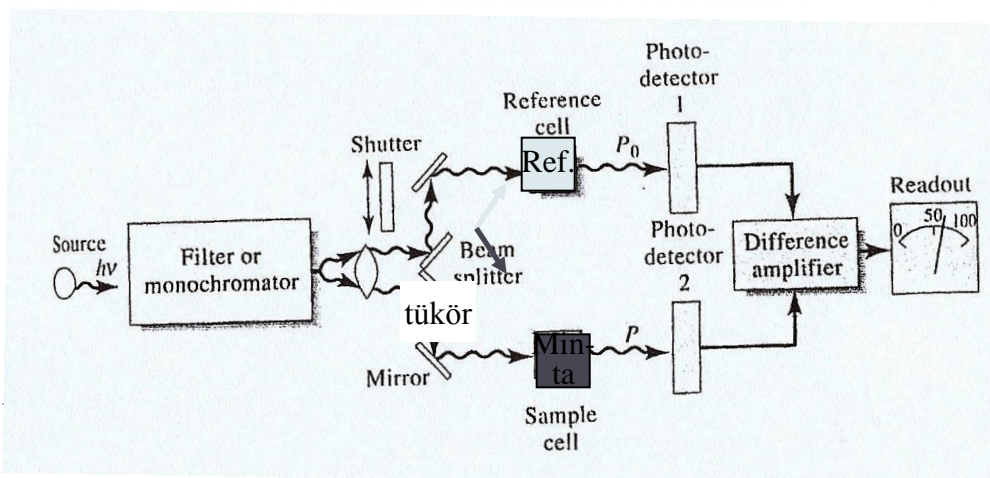


SPEKTROFOTOMÉTEREK TÍPUSAI :

(a) Egyfényutas
(egysugárméretes)
spektrofotométerek :



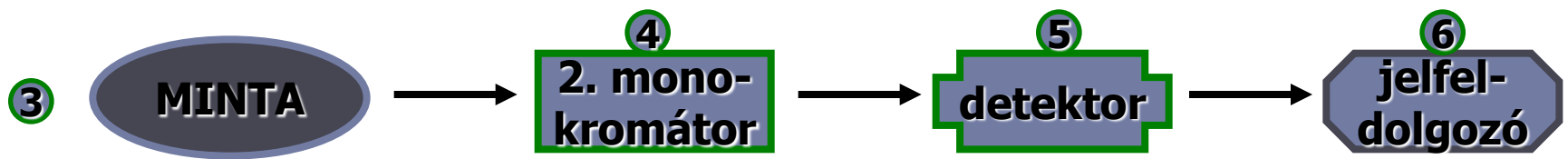
(b) Kétfényutas
(kétsugárméretes)
spektrofotométerek :



I. MOLEKULASPEKTROSKÓPIA

(b) (Emissziós) FLUORESZCENCIA

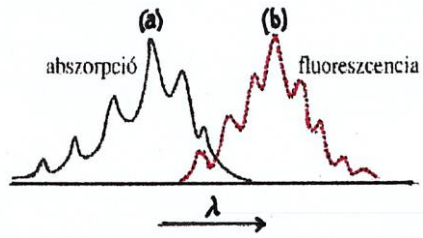
MŰSZER



Két monokromátor :

- 1. monokromátor :
 - különböző hullámhosszúságú fényrel gerjesztünk
 - a gerjesztő fényre merőleges irányban emittált fényt a
- 2. monokromátor :
 - hullámhossz szerint szétválasztja.

1
fényforrás
xenon lámpa



fluoreszcenciás spektrum

Infravörös (IR) spektroszkópia

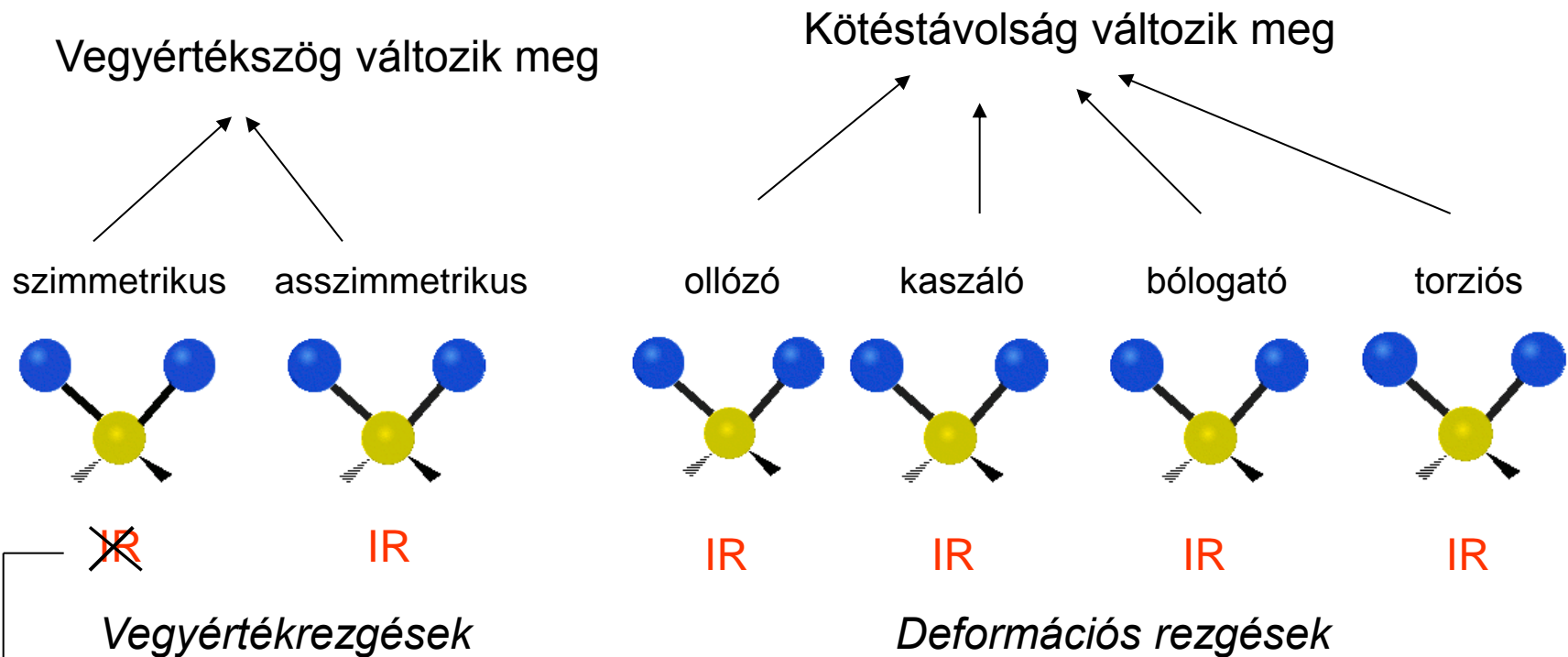
Vegyületek rezgéseinek gerjesztésén alapul

Abszorpció feltétele:

1. sugárzás frekvenciája = a molekula rezgési frekvenciája (rezgés amplitúdója megnő)
2. az adott rezgés során dipólusmomentum változás következzen be.
(dipólusmomentum: két töltés különbségétől és a két töltés központjának távolságától függ).



Rezgési módok:



A szerves vegyületekben előforduló CH₂ csoport jellemző rezgési átmenetei

→ A szimmetrikus vegyértékrezgés nem IR aktív, mert a rezgés során nem lép fel dipólusmomentum (polarizáció) változás.

Az IR sugárzás tartományai

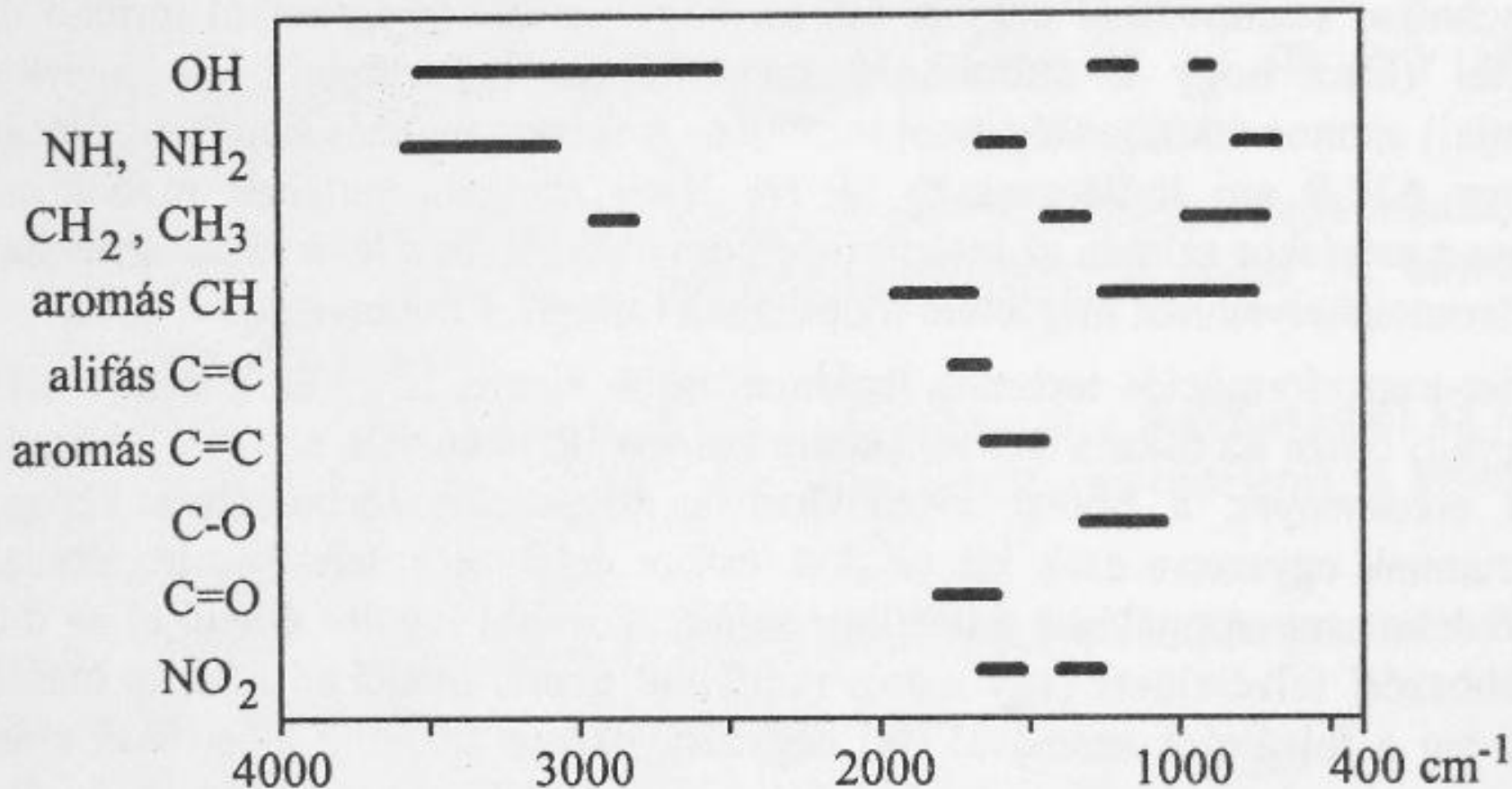
Közeli infravörös tartomány (*NIR = Near Infrared*, $4000 - 12\,500\text{ cm}^{-1}$): ebben a tartományban főképp a felhangok és a kombinációs sávok jelennek meg

Analitikai infravörös tartomány ($300 - 4000\text{ cm}^{-1}$): vegyérték és deformációs rezgések tartománya.

- Ujjlenyomat tartomány (deformációs rezgések) ($300 - 1500\text{ cm}^{-1}$): adott vegyületre jellemző és egyedi.
- Vegyértékrezgések tartománya ($1500 - 4000\text{ cm}^{-1}$): Jellegzetes csoportok rezgései találhatóak meg itt. Ez a tartomány így nem a vegyületre, hanem a bennük található csoportokra karakterisztikus

Távoli infravörös tartomány (*FIR = Far Infrared*, $10 - 300\text{ cm}^{-1}$): nehézatomok vegyérték- és deformációs rezgései, torziós rezgések, kristálysírk rezgései, némely forgási átmenet.





14.8. ábra Néhány funkciós csoport jellemző elnyelési tartományai

Ujjlenyomat tartomány:

A molekula *teljes* vázszerkezetére jellemző elnyelési sávok.

Segítségével a molekulák azonosíthatók.

Spektrumkönyvtárak kialakítása.



Infravörös (IR) fotométer felépítése és jellegzetességei

- ▶ **Probléma:** UV és VIS tartományban használt detektorok és fényfelbontó egységek nehezen vagy egyáltalán nem alkalmazhatók.
- ▶ Speciális detektorok alkalmazása és rács/prizma helyett interferométer és Fourier-transzformációs kiértékelés (FTIR)
 - ▶ A spektrumot két lépésben kapjuk
 - ▶ első lépés egy ún. **interferogram** felvétele
 - ▶ második lépésben ezt az interferogramot alakítjuk át energiaspektrummá Fourier-transzformációval.
- ▶ **Optikai elemeik:** kősóból, lítium-fluoridból, kálium-bromidból
- ▶ **Sugárforrás:** színterelt, 1300-1700°C-ra hevített **szilícium-karbid** rúd (Globar izzó) használható széles hullámhossz-tartományban. Használatos még a Nernst izzó (cirkónium-, ittrium- és erbium oxid)
- ▶ **Érzékelő:** pl. termoelem

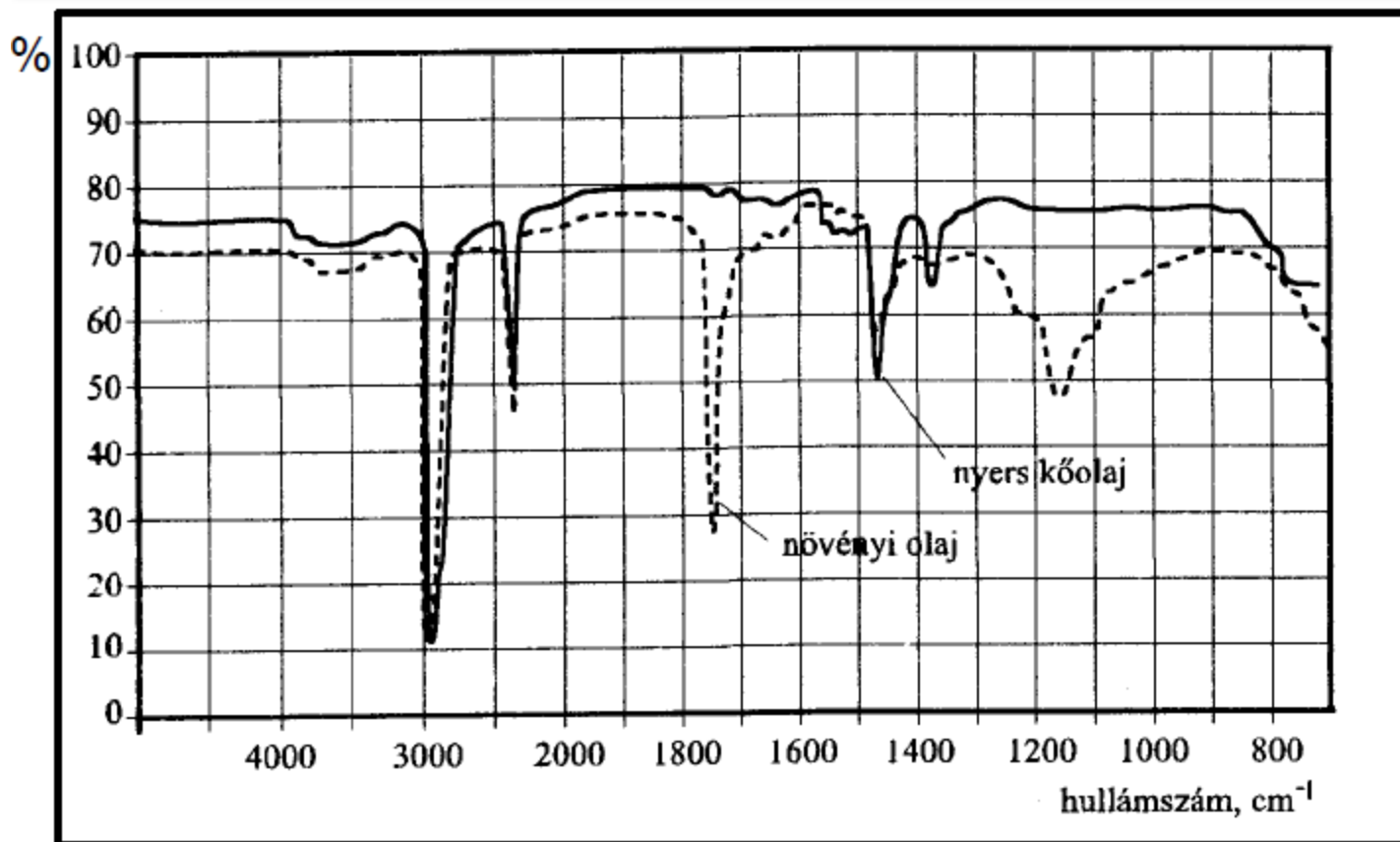


Infravörös (IR) spektroszkópia alkalmazásai

- ▶ Vegyület azonosítása spektrumkönyvtárak alapján (ujjlenyomat spektrum segítségével).
- ▶ Minőségi azonosítás, szerkezet meghatározás.
- ▶ Mennyiségi meghatározás szilárd és gázfázisú mintából.
- ▶ Légszennyezés mérés (szerves gőzök, akár 1 ppm nagyságrendben), légszennyező gázok (SO_2 , CO , CO_2 , NH_3) mérése
- ▶ Teljes funkciós csoport analízis.
- ▶ IR spektrométer + mikroszkóp (pl. szövetek vizsgálata, törvényszéki analitika).
- ▶ Biomolekulák (pl. fehérjék) másodlagos szerkezetének vizsgálata.
- ▶ Ipari alkalmazások: műanyagok azonosítása, faanyagok fizikai/kémiai paramétereinek vizsgálata.
- ▶ Kőolaj, fenol szennyezések



Nyers kőolaj és növényi olaj IR spektruma



1760 cm⁻¹ hullámszámnál látható a növényi és állati zsírokra és olajokra jellemző észter-csoport abszorpciója.

Szerves széntartalom meghatározása:

A vizek szerves anyag tartalmának nem specifikus jellemzésére a kémiai oxigén-igény (KOI) mérése mellett a szerves széntartalom (total organic carbon, **TOC**) meghatározása is alkalmas.

A módszer alapja az, hogy a szerves anyagok oxidációja során a bennük lévő **szén szén-dioxiddá alakítható**, és a szén-dioxid mennyiségének IR spektrofotometriás meghatározása alapján a széntartalom számítható.

A mérést **ún. száraz oxidáció előzi meg**, melynek során a mintában lévő szerves anyagot magas hőmérsékleten (900-950°C-on) oxigén jelenlétében elégetik, és a keletkező szén-dioxidot IR gázanalizátorban 2380-2320 cm^{-1} tartományban mérik.

A mérés előtt a szervesetlen eredetű szén (karbonát, hidrogén-karbonát) el kell távolítani (savanyítás utáni kilevegőztetéssel).



Molekulaspektroszkópiai módszerek

Emissziós módszerek

Lumineszcencia

Olyan jelenségek összefoglaló neve, amelyek során a gerjesztett molekulák az energiájuk egy részét elektromágneses sugárzás – fotonok - formájában emittálják (ezalatt alapállapotba térnek vissza), a termikus emissziótól függetlenül.

▶ Fotolumineszcencia

ha a gerjesztés elektromágneses sugárzás hatására jön létre; a legalacsonyabb elektron-energiaállapotból történő átmenet során lép fel (Kasha-szabály)

▶ Fluoreszcencia

rövid ideig ($< 10^{-5}$ s) tartó fénykibocsátás

▶ Foszforeszcencia

abszorpció után akár percekig (vagy még hosszabb ideig is) eltarthat

Kieg.:

▶ Kemilumineszcencia

ha a gerjesztés kémiai reakció hatására jön létre

▶ Biolumineszcencia

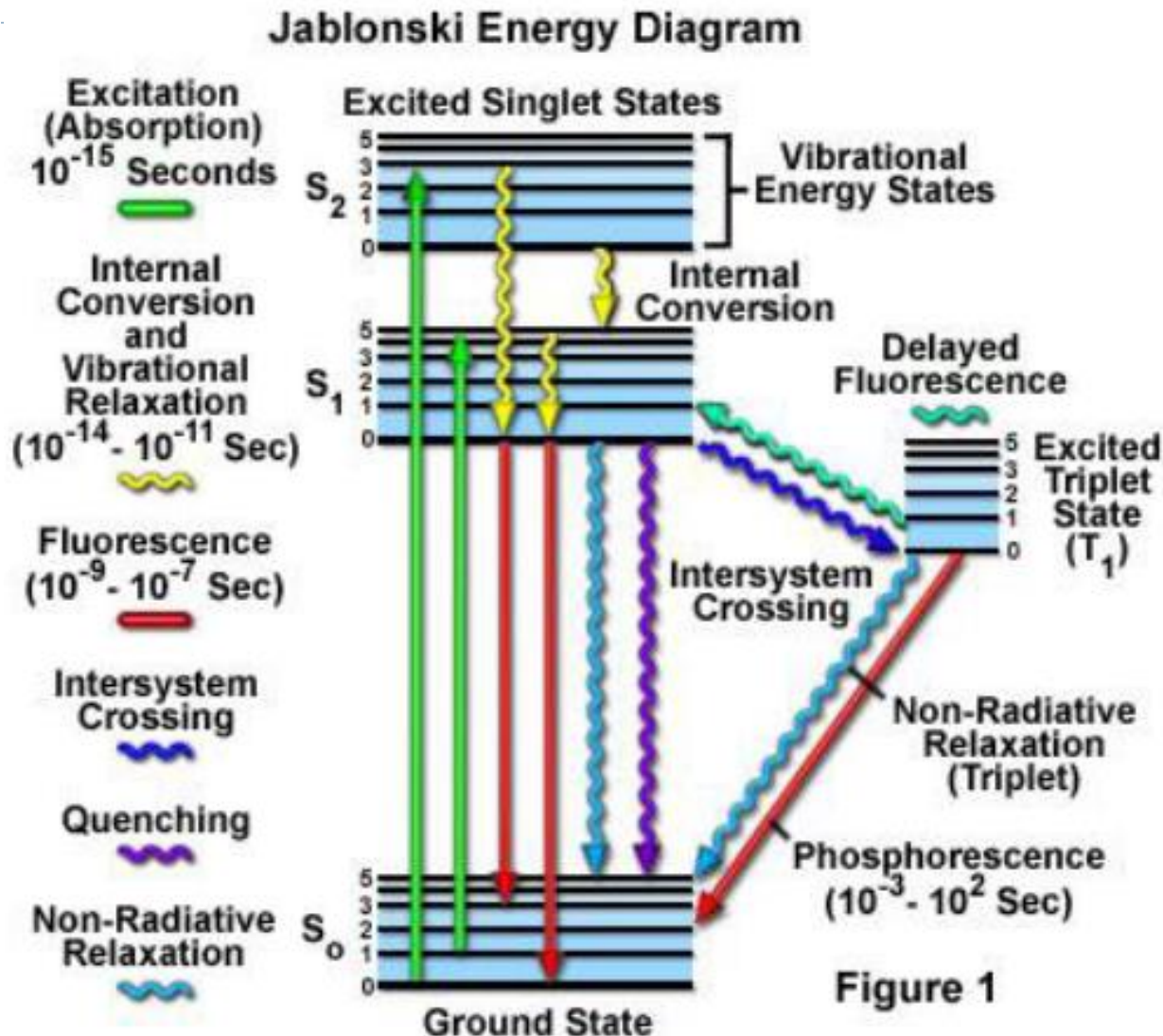
ha a gerjesztés biokémiai reakció hatására jön létre



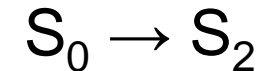
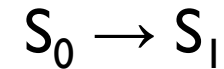
<http://minimatine.hu/ejszakai-kirandulasok-szentjanosbogar-rajzas-2018/>

▶ Elektrolumineszcencia, Mechanolumineszcencia, Termolumineszcencia, stb.

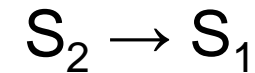
A fluoreszcencia és a foszforeszcencia



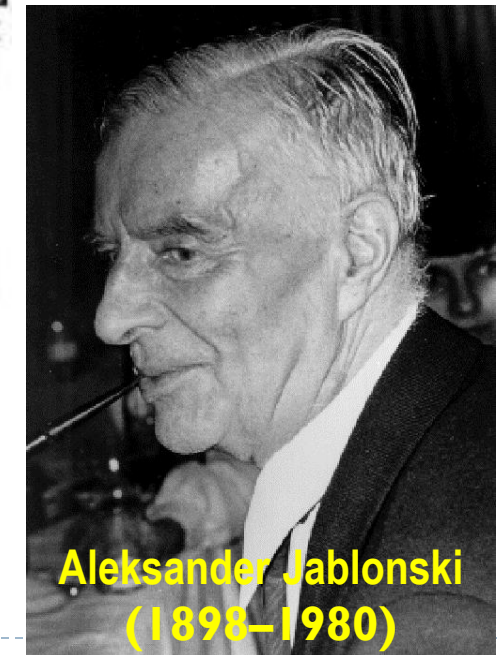
Gerjesztés:



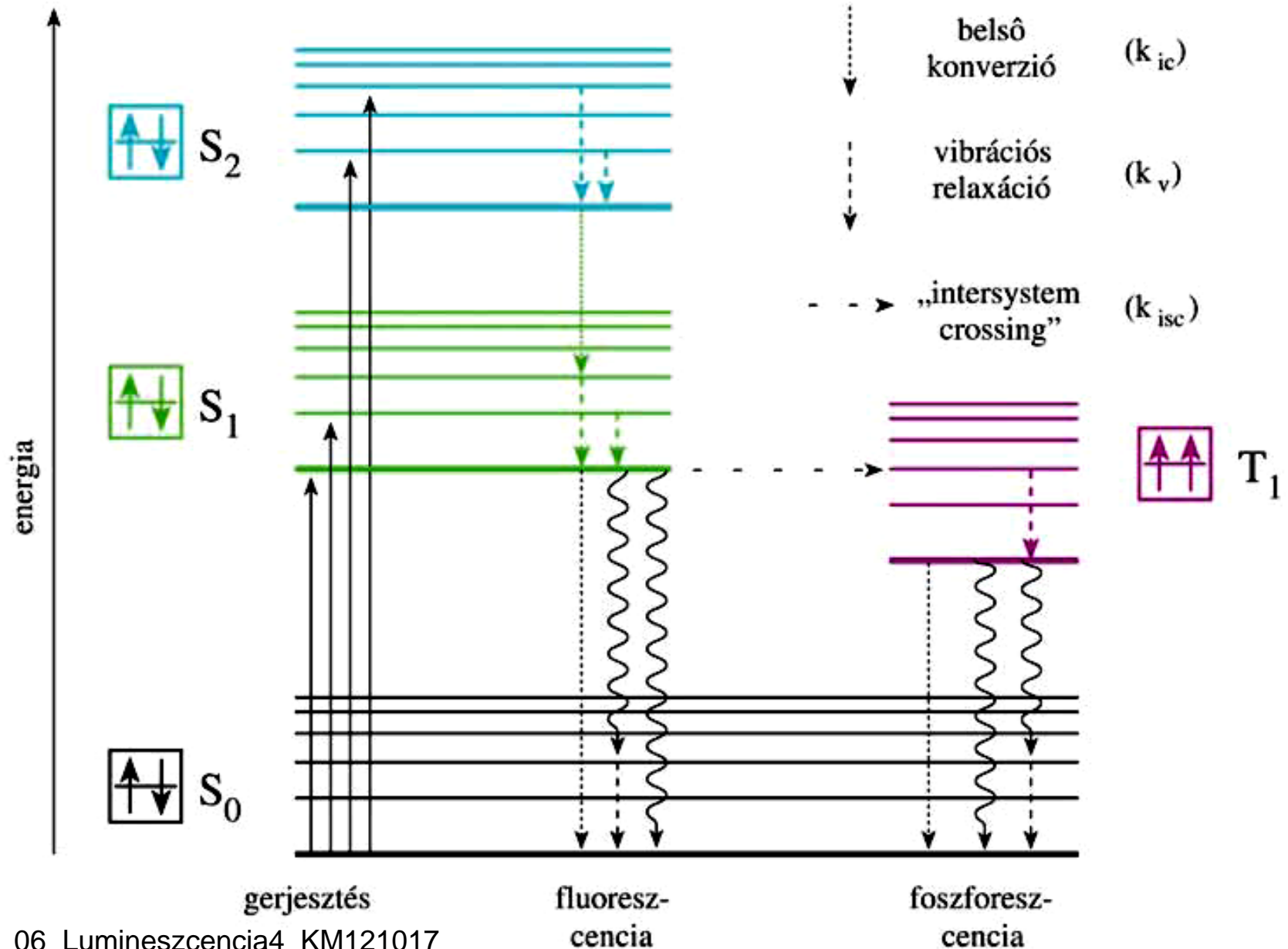
Közbenső konverzió:



Fluoreszcencia:



A fluoreszcencia és a foszforeszcencia



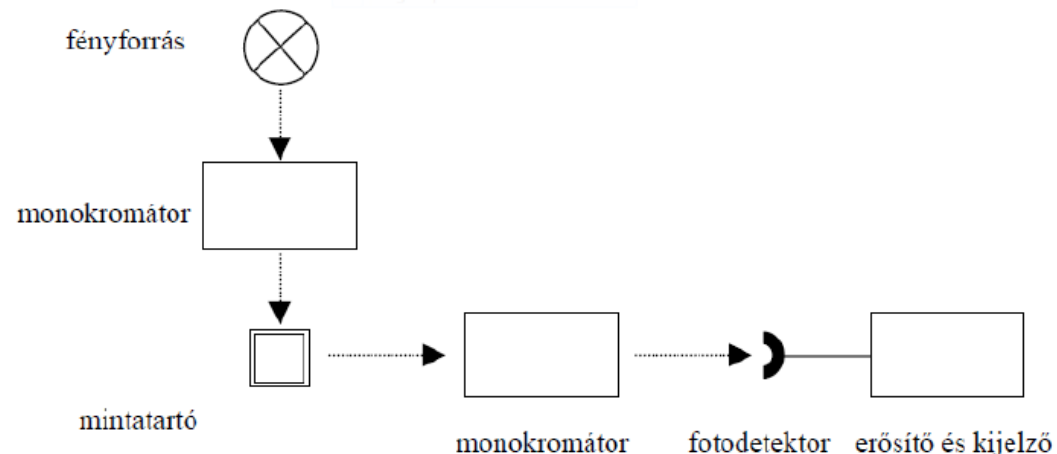
FLUOROMETRIA

- Az analitikai szempontból használható, intenzív fluoreszkáló vegyületek többsége **aromás vegyület**.
- A gyűrűk számának növekedésével a fluoreszcencia valószínűsége nő, ugyanakkor a kisugárzott fotonok energiája csökken.



Fluorométerek felépítése:

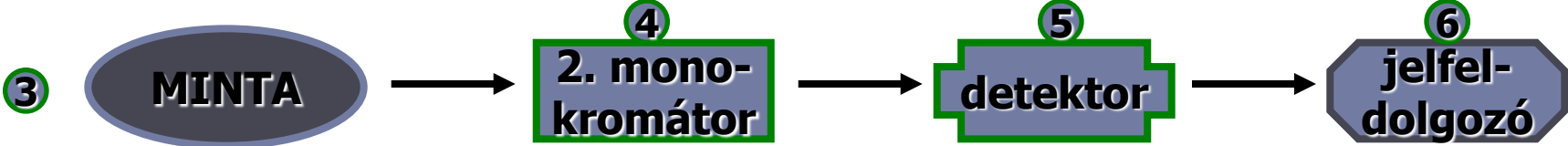
- A fluoreszcencia mérésére alkalmas berendezéseket felépítő optikai és elektronikus egységek **hasonlóak a spektrofotometriás készülékek**nél megismert építőelemekkel.
- A készülékeket az alkalmazott **fényfelbontó berendezések alapján** szokták **osztályozni**:
 - Azt a készüléket, amelyekben **szűrőkkel** választják ki a megfelelő gerjesztő, ill. emittált hullámhosszt: **FLUOROMÉTER**nek nevezzük.
 - Ha a fényfelbontó egység **monokromátor**, a készülék neve **SPEKTROFLUOROMÉTER**



MOLEKULASPEKTROSKÓPIA

(b) (Emissziós) FLUORESZCENCIA - Fluorometria

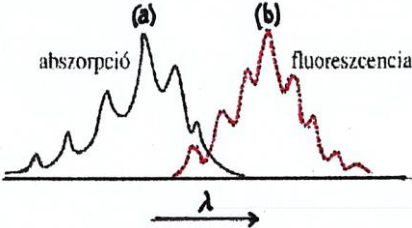
MŰSZER



Két monokromátor :

- 1. monokromátor :
 - különböző hullámhosszúságú fényrel gerjesztünk
 - a gerjesztő fényre merőleges irányban emittált fényt a
- 2. monokromátor :
 - hullámhossz szerint szétválasztja.

1
fényforrás
xenon lámpa



fluoreszcenciás spektrum

- Alkalmazása elsősorban **mennyiségi elemzés** szempontjából fontos, a fluoreszcens fény intenzitása (**I**) és a koncentráció (**c**) között az alábbi összefüggés áll fenn:

$$I = k \cdot I_0 \cdot \varepsilon \cdot c$$

Ahol:

- *c* a minta koncentrációja,
- ε az *elnyelés (besugárzás) hullámhosszán érvényes* moláris abszorpciós koefficiens,
- *I₀* a besugárzó monokromatikus fény intenzitása,
- *k* pedig a küvettára és a műszerre jellemző állandók és a vizsgálandó vegyület ún. kvantumhasznosítását összegző arányossági állandó.

A fluorometria környezetvédelmi alkalmazásai:

a. Kőolajok és származékainak meghatározása:

- A kőolajok íz- és szagrontó hatásúak, a vizet elzárják az oxigéntől, a szervezetben felhalmozódnak, a kondenzált aromások rákkeltőek, ezért analízisük a környezeti mintákban nagyon fontos.
- A kőolajok analitikai meghatározása nehéz feladat, mivel egyaránt tartalmaznak:
 - alifás,
 - aliciklusos és
 - aromás vegyületeket, ill.
 - ezek mellett változó mennyiségben szerves kén-, oxigén- és nitrogénvegyületeket is.
- Többféle formában: lebegőanyagokhoz kötve vagy oldva vannak jelen.
- A fluoreszcencia mérésén alapuló meghatározási módszerek **nem teszik lehetővé** az adott kőolajszármazék **összes komponensének** külön-külön történő **meghatározását**, így a módszereket egységesíteni kell.

Kőolajok és származékainak meghatározása

A meghatározás lépései:

- Reprezentatív mintavétel,
- Széntetrakloridos vagy hexános extrakció (rázóötölcser),
- Poláros anyagok eltávolítása alumínium-oxid rétegen való megkötéssel,
- Besugárzás 345 nm-en (UV-fénnyel),
- Emisszió mérés 440-510 nm látható tartományban,
- Eredmény megadása kalibrációs módszerrel, standard motorolajra.

Kimutatási határ: 0,01 ppm



A fluorometria környezetvédelmi alkalmazásai:

b. Levegő kén-dioxid szennyezésének meghatározása:

- A kén-dioxid molekulák az UV tartományba eső 190-320 nm hullámhosszúságú fotonok hatására gerjesztődnek, majd a gerjesztett állapot az abszorbeált fotonok hullámhosszánál nagyobb hullámhosszú (190-320 nm) UV-fotonok emissziójával szűnik meg.
- A levegő kén-dioxid koncentrációja így ppb-ppm tartományban mérhető.

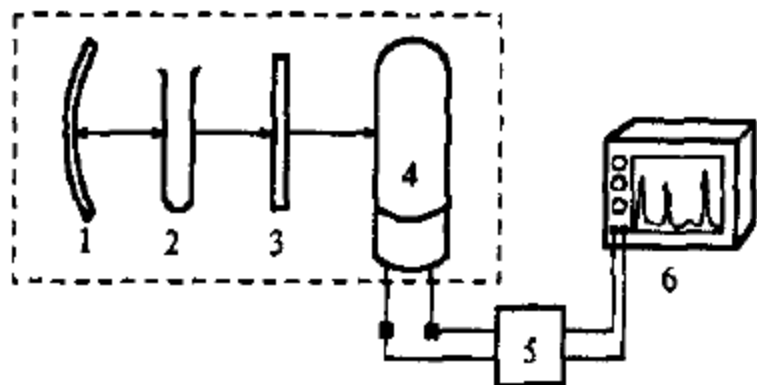


KEMILUMINESZCENCIA MÉRÉSE

- A módszer azon alapszik, hogy bizonyos **kémiai reakciókban** közbenső termékek, ill. végtermékek gerjesztett állapotban képződnek és **gerjesztési energiájukat lumineszcens sugárzás formájában adják le**, miközben alapállapotba térnek vissza.

Kemilumineszcenciás mérőkészülékek:

- A berendezés vázlatát a következő ábra mutatja.



1. integráló gömbtükör,
2. mintatartó,
3. szűrő vagy monokromátor,
4. fotoelektron-sokszorozó,
5. erősítő,
6. kijelző.

KEMILUMINESZCENCIA MÉRÉSE

- A berendezés elemei az erősítő és a kijelző kivételével **egy sötét dobozban vannak elhelyezve**, hogy a külső zavaró fényt kizárják.
- A mintatartó cellát egy ún. **integráló gömb** veszi körül, amely egy belső tükröző felülettel ellátott gömbtükör. Szerepe, hogy **a mintából ráeső sugarakat a detektorba irányítsa**. Ezzel biztosítható, hogy az emittált sugárzásnak mindig konstans hányada jusson a detektorba.
- A **fényfelbontó berendezés** lehet **szűrő vagy monokromátor**, a **detektor** pedig rendszerint **fotoelektronsokszorozó**.

A kemilumineszcenciás mérés környezetvédelmi alkalmazása

Gázminták NO_x -tartalmának meghatározása:

- **Ózon hatására** a gázmintában lévő nitrogén-monoxid gerjesztett állapotú nitrogén-dioxiddá alakul:



- A gerjesztett molekulák **jellemző hullámhosszú fénysugárzás kibocsátása közben** alapállapotba jutnak.
- A kisugárzott energiát egy **folyamatos üzemű kemilumineszcens mérőműszer** elektromos jellé alakítja, amely arányos a gázminta nitrogén-oxid koncentrációjával.
- A minta egyéb nitrogén-oxid tartalmát (NO_2 , N_2O_4) a mérőműszerbe beépített konverter nitrogén-monoxiddá alakítja és így az összes NO_x -tartalom is meghatározható.
- A konverterben lejátszódó folyamat:



Köszönöm a figyelmet!

