

TIBERIU FRENȚIU

AUGUSTIN CĂTĂLIN MOȚ

ENIKŐ COVACI

**METODE INSTRUMENTALE DE ANALIZĂ  
APLICAȚII**

*PRESA UNIVERSITARĂ CLUJEANĂ*

*2019*

## CUPRINS

<b>Cuvânt înainte.....</b>	<b>13</b>
<b>Lista de abrevieri .....</b>	<b>15</b>
<b>1. Principiile metodelor instrumentale de analiză .....</b>	<b>19</b>
1.1. Clasificarea metodelor analitice .....	19
1.2. Clasificarea și componentele probelor .....	23
1.3. Etalonarea instrumentului. Curba de etalonare și principiile etalonării.....	25
Bibliografie .....	27
<b>2. Caracteristicile de performanță ale metodelor instrumentale de analiză.....</b>	<b>29</b>
2.1. Clasificarea caracteristicilor de performanță analitică.....	29
2.2. Erori de măsurare. Precizia și exactitatea .....	30
2.3. Sensibilitatea și selectivitatea.....	33
2.4. Limita de detecție și limita de determinare.....	36
2.5. Intrebări de evaluare a cunoștințelor .....	40
Bibliografie.....	41
<b>3. Interpretarea statistică a rezultatelor analitice.....</b>	<b>43</b>
3.1. Parametri statistici. Distribuția datelor .....	43
3.2. Intervalul de încredere al mediei.....	45
3.3. Testul t pentru compararea a două medii .....	46
3.4. Testul Q pentru verificarea valorilor extreme.....	47
Bibliografie.....	49
<b>4. Metode spectrale de analiză .....</b>	<b>51</b>
4.1. Radiația electromagnetică.....	51
4.1.1. Caracterul de undă al radiației electromagnetice.....	52
4.1.2. Caracterul de particulă al radiației electromagnetice .....	53
4.2. Spectrul electromagnetic.....	54

4.3. Clasificarea metodelor spectrale .....	56
4.3.1. Clasificarea metodelor spectrale după puterea interacțiunii radiației electromagnetice cu substanța .....	57
4.3.2. Clasificarea metodelor spectrale după metodologia de lucru ...	60
Bibliografie .....	70
<b>5. Spectrofotometria de absorbție moleculară UV-Vis .....</b>	<b>73</b>
5.1. Principiul spectrofotometrie de absorbție moleculară UV-Vis .....	73
5.2. Originea spectrului de absorbție moleculară UV-Vis .....	74
5.3. Mărimi optice caracteristice. Legea Lambert-Beer .....	75
5.4. Analiza calitativă și cantitativă în spectrofotometria de absorbție moleculară .....	78
5.5. Instrumentația în spectrofotometria de absorbție moleculară UV-Vis .....	79
5.6. Determinarea acidului benzoic din sucuri prin spectrofotometria de absorbție moleculară în UV .....	83
5.6.1. Necesitatea determinării acidului benzoic .....	83
5.6.2. Principiul metodei .....	84
5.6.3. Reactivi și instrumentație .....	84
5.6.4. Prepararea probelor pentru determinarea acidului benzoic .....	84
5.6.5. Analiza calitativă și cantitativă a acidului benzoic .....	86
5.6.6. Calculul conținutului de acid benzoic în suc și interpretarea rezultatelor analitice .....	
5.7. Determinarea conținutului de azotit din preparate de carne prin spectrofotometria de absorbție moleculară UV-Vis .....	86
5.7.1. Necesitatea determinării azotitului .....	89
5.7.2. Principiul metodei .....	90
5.7.3. Reactivi și instrumentație .....	90
5.7.4. Prepararea probelor pentru determinarea spectrofotometrică a azotitului în preparate de carne .....	91
5.7.5. Analiza calitativă și cantitativă a azotitului .....	93
5.7.6. Calculul conținutului de azotit din preparate de carne și interpretarea rezultatelor analitice .....	95
5.8. Determinarea culorii echivalente și a gradului de amăreală a berii prin spectrofotometria de absorbție moleculară UV-Vis .....	96
5.8.1. Necesitatea determinării culorii echivalente și gradului de amăreală a berii .....	96

5.8.2. Metode de determinare a culorii echivalente a berii.....	97
5.8.3. Metoda spectrofotometrică de determinare a gradului de amăreală a berii .....	100
5.8.4. Reactivi și instrumentație necesară pentru analiza berii.....	101
5.8.5. Determinarea culorii echivalente a berii prin metoda vizuală și spectrofotometrică .....	101
5.8.6. Determinarea gradului de amăreală a berii prin metoda spectrofotometrică .....	103
5.8.7. Calculule și interpretarea rezultatelor analitice la analiza berii	103
Bibliografie .....	106
<b>6. Spectrometria de absorbție atomică în flacără.....</b>	<b>109</b>
6.1. Principiul și caracteristicile absorbției atomice în flacără.....	109
6.2. Spectrometria de absorbție atomică LR-LS-FAAS.....	114
6.3. Instrumentația în metoda LR-LS-FAAS. Spectrometrul AAS-1 ..	117
6.4. Spectrometria de absorbție HR-CS-FAAS .....	120
6.5. Instrumentația în metoda HR-CS-FAAS.....	126
6.6. Determinarea metalelor în sol prin FAAS .....	127
6.6.1. Reactivi și probe standard certificate .....	127
6.6.2. Prepararea probei de sol. Mineralizare în apă regală .....	128
6.7. Determinarea Cu și Zn din sol prin LR-LS-FAAS .....	128
6.7.1. Prepararea etaloanelor de Cu și Zn.....	128
6.7.2. Determinarea Cu și Zn cu spectrometrul AAS-1.....	128
6.7.3. Calculul conținutului de Cu și Zn în sol și interpretarea rezultatelor .....	129
6.8. Determinarea metalelor din sol prin metoda HR-CS-FAAS cu spectrometrul ContrAA 300 .....	130
6.8.1. Prepararea etaloanelor multielement.....	130
6.8.2. Determinarea metalelor cu spectrometrul ContrAA 300 .....	130
6.8.3. Calculul conținutului de metale în sol și interpretarea rezultatelor .....	131
6.9. Determinarea microelementelor din produse și suplimente alimentare prin HR-CS-FAAS.....	132
6.10. Determinarea arsenului din sol și ape prin generare de hidrură și detecție prin spectrometria de absorbție atomică de înaltă rezoluție cu sursă continuă și cuptor de cuarț.....	132
6.10.1. Reactivi, soluții stoc și etaloane.....	132

6.10.2. Prepararea probei de sol/apă în vederea determinării As prin HG-HR-CS-QFAAS.....	133
6.10.3. Instrumentația HG-HR-CS-QFAAS și procedura de operare...	134
6.11. Determinarea mercurului din sol, apă și alimente prin derivatizare la vapori reci și detecție prin spectrometria de absorbție atomică de înaltă rezoluție cu sursă continuă și cuptor de cuarț.....	137
6.11.1. Reactivi, soluții stoc și etaloane.....	137
6.11.2. Prepararea probei de sol/apă în vederea determinării Hg prin CV-HR-CS-QFAAS .....	138
6.11.3. Instrumentația CV-HR-CS-QFAAS și procedura de operare .....	139
Bibliografie .....	140
<b>7. Spectrometria de emisie atomică în flacără .....</b>	<b>143</b>
7.1. Principiul spectrometriei de emisie atomică în flacără.....	143
7.2. Spectrul de emisie al elementelor în flacără .....	145
7.3. Determinarea concentrației elementelor în metoda FAES prin metodei drepte de etalonare.....	149
7.4. Instrumentația în metoda FAES .....	151
7.5. Determinarea Na, Li, K și Ca în apă prin FAES.....	154
7.5.1. Reactivi, soluții stoc și probe etalon .....	154
7.5.2. Prepararea probelor de apă .....	155
7.5.3. Determinarea Na și Ca cu spectrometrul AAS-1 .....	155
7.5.4. Calculul conținutului de Na și Ca în apă și interpretarea rezultatelor obținute cu spectrometrul AAS-1.....	156
7.5.5. Determinarea simultană a Na, Li, K și Ca în flacăra metan-aer cu microspectrometrul Ocean Optics HR-4000.....	157
7.5.6. Calculul conținutului de Na, Li, K și Ca în apă și interpretarea rezultatelor obținute cu microspectrometrul HR-4000.....	158
Bibliografie .....	159
<b>8. Spectrometria de emisie atomică în plasma cuplată inductiv.....</b>	<b>161</b>
8.1. Principiile spectrometriei de emisie atomică în plasma cuplată inductiv .....	161
8.2. Instrumentația în metoda ICP-AES.....	164
8.2.1. Torța de plasmă și generarea plasmei ICP .....	164
8.2.2. Introducerea probelor în plasma cuplată inductiv.....	169

8.2.3. Tipuri de spectrometre utilizate în metoda ICP-AES .....	171
8.3. Determinarea metalelor grele din probe de sol prin ICP-AES .....	177
8.3.1. Reactivi, soluții stoc și etaloane.....	177
8.3.2. Prepararea probei de sol. Mineralizare în apă regală .....	177
8.3.3. Calculul conținutului de metale în sol .....	178
8.3.4. Interpretarea rezultatelor la determinarea metalelor din sol.....	178
8.4. Determinarea arsenului din sol și ape prin generare de hidrură și dectie prin spectrometria de emisie atomică în plasma cuplată inductiv.....	182
8.4.1. Principiul generării de hidrură .....	182
8.4.2. Reactivi, soluții stoc și etaloane la determinarea As prin HG-ICP- AES și prereducere cu L-cisteină .....	186
8.4.3. Prepararea probei de sol/apă în vederea determinării As .....	187
8.4.4. Instrumentația HG-ICP-AES și procedura de operare .....	187
8.4.5. Calculul conținutului de As și interpretarea rezultatelor.....	188
8.5. Determinarea mercurului din sol, apă, și alimente prin derivatizare la vapori reci și dectie prin spectrometria de emisie atomică în plasma cuplată inductiv .....	189
8.5.1. Principiul derivatizării la vapori reci .....	189
8.5.2. Reactivi, soluții stoc și etaloane la determinarea Hg prin CV-ICP-AES .....	189
8.5.3. Prepararea probei de sol, apă și alimente pentru determinarea Hg prin CV-ICP-AES .....	190
8.5.4. Instrumentația CV-ICP-AES și procedura de operare.....	190
8.5.5. Calculul conținutului de Hg în sol, apă și alimente.....	191
8.5.6. Interpretarea rezultatelor analitice la determinarea Hg.....	192
8.6. Determinarea microelementelor din produse și suplimente alimentare prin ICP-AES.....	193
8.6.1. Reactivi, soluții stoc și etaloane.....	193
8.6.2. Prepararea probei de supliment alimentar. Mineralizare în apă regală.....	193
8.6.3. Calculul conținutului de microelemente în suplimentul alimentar .....	194
8.6.4. Interpretarea rezultatelor la determinarea metalelor din suplimente alimentare.....	195
8.7. Specierea metalelor din sol/sedimente prin extracție secvențială BCR în ¼ pași și ICP-AES .....	196

8.7.1. Principiile și importanța extracției secvențiale .....	196
8.7.2. Reactivi, soluții stoc și etaloane.....	199
8.7.3. Procedura de extracție BCR în ¾ pași. Prepararea probei .....	199
8.7.4. Calculul și interpretarea rezultatelor in extracția secvențială BCR .....	201
Bibliografie.....	202
<b>9. Metode electrochimice de analiză .....</b>	<b>209</b>
9.1. Pricipiile și clasificarea metodelor electrochimice de analiză .....	209
9.2. Potențialul de reducere. Ecuăua lui Nernst .....	212
9.3. Celule electrochimice.....	213
9.3.1. Celula galvanică .....	214
9.3.2. Celula electrolitică.....	216
Bibliografie.....	218
<b>10. Potentiometria.....</b>	<b>219</b>
10.1. Principiul potențimetriei. Celula potențimetrică .. .....	219
10.2. Determinarea potențimetrică a pH-ului: celulu pH-metrică ....	223
10.2.1. Electrocul de Ag/ AgCl.....	224
10.2.2. Electrocul cu membrană de sticlă sensibil la pH .....	226
10.2.3. Etalonarea celulei pH-metrice .....	231
10.3. Determinarea potențimetrică a pH-ului apei, băuturilor alcoolice și nealcoolice .....	233
10.3.1. Instrumentație .....	233
10.3.2. Soluții tampon și materiale .....	233
10.3.3. Interpretarea rezultatelor la determinarea potențimetrică a pH-ului .....	234
Bibliografie.....	235
<b>11. Metode voltametrice .....</b>	<b>237</b>
11.1. Principiul metodelor voltametrice .. .....	237
11.2. Clasificarea metodelor voltametrice.....	240
11.3. Voltametria cu electrocul picurător de mercur. Polarografia .....	243
11.3.1. Electrocul picurător de mercur.....	243
11.3.2. Necesitatea îndepărtării oxigenului din electrolitul de bază înainte de baleiaj sau înregistrarea polarogramei .....	246

## Cuprins

11.3.3. Inregistrarea voltamogramelor. Mărimi caracteristice determinate din voltamogramă .....	247
11.4. Voltametria de stripare.....	253
11.5. Determinarea concentrației prin metoda adaosului standard....	256
11.6. Determinarea concentrație de $Cd^{2+}$ , $Cu^{2+}$ , $Pb^{2+}$ $Zn^{2+}$ din apă folosind voltametria cu stripare anodică cu puls diferențial și electrodul HDME.....	257
11.6.1. Reactivi, soluții stoc, etaloane și probe de apă.....	257
11.6.2. Instrumentație .....	257
11.6.3. Interpretarea rezultatelor la determinarea voltametrică a metalelor din apă .....	258
Bibliografie.....	258
<b>Index.....</b>	<b>261</b>