

Spis treści

1. Wstęp (<i>Teresa Nowicka-Jankowska</i>)	9
Literatura	14
2. Nomenklatura, symbole i skróty (<i>Teresa Nowicka-Jankowska</i>)	15
2.1. Wprowadzenie	15
2.2. Nomenklatura stosowana w niniejszej książce	16
2.3. Niektóre inne terminy spotykane w literaturze	19
Literatura	21
3. Podstawy spektroskopii UV/VIS (<i>Elżbieta Wieteska</i>)	22
3.1. Wprowadzenie	22
3.2. Promieniowanie elektromagnetyczne i jego cechy	22
3.3. Rodzaje spektroskopii	25
3.4. Prawa absorpcji	28
3.4.1. Odstępstwa od praw absorpcji	30
3.5. Właściwości atomów i cząsteczek	32
3.5.1. Kwantowanie energii	32
3.5.2. Energia cząsteczek	35
3.5.3. Stany elektronowe	37
3.5.4. Reguły wyboru	47
3.6. Orbitale cząsteczkowe	48
3.6.1. Krzywe energii potencjalnej	54
3.6.2. Zasada Francka-Condon	55
3.7. Widma absorpcyjne	57
3.7.1. Ogólna charakterystyka	57
3.7.2. Parametry pasma	57
3.7.3. Rodzaje i właściwości widm cząsteczkowych	61
3.8. Specyficzna absorpcja promieniowania UV/VIS a struktura chemiczna	62
3.8.1. Przejścia elektronowe	62
3.8.2. Chromofory i auxochromy	68
3.8.3. Oddziaływania wewnątrzcząsteczkowe	70
3.8.4. Wpływ rozpuszczalnika	83
Literatura uzupełniająca	84
4. Aparatura spektrofotometryczna na zakres UV/VIS (<i>Anna Michalik</i>)	87
4.1. Elementy budowy aparatury spektrofotometrycznej	87
4.1.1. Źródła promieniowania	88
4.1.2. Monochromatory	91

4.1.3. Kuwety pomiarowe, ich uchwyty oraz komory pomiarowe	103
4.1.4. Detektory promieniowania	108
4.1.5. Układy pomiarowe	116
4.1.6. Elementy komputeryzacji	118
4.2. Charakterystyka produkowanych na świecie handlowych spektrofotometrów UV/VIS	122
4.2.1. Rozwój historyczny aparatury spektrofotometrycznej UV/VIS	122
4.2.2. Przykłady budowy i działania spektrofotometrów UV/VIS	133
4.3. Źródła i charakter błędów instrumentalnych w pomiarach spektrofotometrycznych w zakresie UV/VIS	142
4.3.1. Nieliniowość układu fotometrycznego	143
4.3.2. Promieniowanie (światło) rozproszone	145
4.3.3. Dobór spektralnej szerokości wiązki promieniowania	147
4.3.4. Błędy skali długości fal	149
4.3.5. Dodatkowe zjawiska optyczne, występujące przy przechodzeniu promieni przez badane próbki	150
4.3.6. Błędy spowodowane przez kuwety pomiarowe	152
4.3.7. Szumy jako główne źródło błędów przypadkowych	152
4.4. Metody oceny i eliminacji błędów wskazań spektrofotometrów na zakres UV/VIS	154
4.4.1. Wzorce spektrofotometryczne	154
4.4.2. Metody sprawdzania spektrofotometrów i oceny błędów instrumentalnych	170
Literatura	177
5. Technika pracy (<i>Teresa Nowicka-Jankowska</i>)	181
5.1. Wprowadzenie	181
5.2. Pobieranie próbki	183
5.2.1. Próbkę ciekłą	184
5.2.2. Próbkę stałą	186
5.2.3. Próbkę gazową	188
5.2.4. Próbkę biologiczną	188
5.3. Przygotowanie próbek do pomiaru	188
5.3.1. Przeprowadzanie próbek do roztworu	189
5.3.2. Rozdzielanie i wstępne zagęszczanie	194
5.3.3. Straty i zanieczyszczenia	195
5.4. Pomiar	196
5.4.1. Dobór przyrządu	196
5.4.2. Naczynka pomiarowe — kuwety	197
5.4.3. Odnosnik	201
5.4.4. Odczyt	203
Literatura	206
6. Zastosowanie spektrofotometrii UV/VIS w analizie jakościowej (<i>Krystyna Gorczyńska</i>)	209
6.1. Wprowadzenie	209
6.2. Przegląd literatury	212
6.2.1. Atlasy	213
6.2.2. Wydawnictwa tablicowe	215
6.2.3. Monografie	220
6.2.4. Systemy identyfikacji komputerowej	221
6.3. Krzywe spektrofotometryczne	224
6.4. Stwierdzenie tożsamości związku chemicznego i kontrola jego czystości	231
6.4.1. Wpływ różnych czynników na kształt krzywych absorpcji	232
6.4.2. Stwierdzenie tożsamości związku chemicznego lub wykrycie obecności absorbujących zanieczyszczeń	236
6.4.3. Kontrola czystości produktu	242

6.5. Uwagi końcowe	247
Literatura	248
7. Analiza ilościowa (<i>Teresa Nowicka-Jankowska</i>)	252
7.1. Wprowadzenie	252
7.2. Prawa absorpcji i równania stanowiące podstawę ilościowej analizy spektrofotometrycznej	253
7.2.1. Sprawdzanie spełniania przez układ prawa Beera-Waltera	254
7.2.2. Sprawdzanie spełniania przez układ wieloskładnikowy prawa addytywności absorpcji	258
7.3. Zakresy absorpcji użyteczne w analizie ilościowej	259
7.4. Bezpośrednie metody spektrofotometryczne	262
7.4.1. Oznaczenia jednoskładnikowe	262
7.4.2. Oznaczenia dwu- i trójskładnikowe	278
7.4.3. Oznaczenia wieloskładnikowe	284
7.5. Pośrednie metody spektrofotometryczne	285
7.5.1. Wybór metody oznaczania i dobór optymalnych warunków	286
7.5.2. Specjalne techniki oznaczeń	287
Literatura	291
8. Zastosowanie spektrofotometrii UV/VIS w analizie nieorganicznej (<i>Elżbieta Wieteska</i>)	294
8.1. Wprowadzenie	294
8.2. Czułość i selektywność metod	296
8.2.1. Czułość	296
8.2.2. Sелеktywność	297
8.3. Barwne układy	301
8.3.1. Proste cząstki absorbujące	301
8.3.2. Kompleksy nieorganiczne	312
8.3.3. Kompleksy z ligandami organicznymi	335
8.3.4. Inne barwne układy	346
8.4. Przegląd literatury	348
Literatura	366
9. Zastosowanie spektrofotometrii UV/VIS w analizie organicznej (<i>Krystyna Gorczyńska</i>)	396
9.1. Wprowadzenie	396
9.2. Przegląd literatury monograficznej	399
9.3. Wpływ warunków pomiarowych na absorpcję związków organicznych	405
9.3.1. Wpływ temperatury	406
9.3.2. Wpływ rozpuszczalnika i pH środowiska	408
9.4. Oznaczanie węglowodorów aromatycznych	415
9.4.1. Uwagi wstępne	415
9.4.2. Oznaczanie węglowodorów aromatycznych zawierających jeden pierścień	417
9.4.3. Oznaczanie związków aromatycznych dwu- i wielopierścieniowych	419
9.4.4. Oznaczanie węglowodorów aromatycznych w produktach karbochemicznych	423
9.4.5. Oznaczanie węglowodorów aromatycznych w produktach koksochemicznych	432
9.4.6. Inne oznaczenia. Ocena składu mieszaniny acenaften + acenaftylen na podstawie kształtu krzywej absorpcji	436
9.5. Spektrofotometryczne metody oznaczania fenoli	438
9.5.1. Uwagi wstępne	438
9.5.2. Kolorymetryczne metody oznaczania fenoli	438
9.5.3. Krzywe absorpcji UV/VIS fenoli w różnych środowiskach	439
9.5.4. Oznaczanie fenoli w produktach petrochemicznych	441
9.5.5. Oznaczanie fenoli w wodach i ściekach	441
9.5.6. Oznaczanie antyutleniaczy fenolowych	443
9.5.7. Oznaczanie fenolu w próbkach z instalacji fenolu kumenowego	445

9.5.8. Oznaczanie sumy fenoli w produktach karbochemicznych	450
9.5.9. Podsumowanie	454
9.6. Analiza barbituranów	455
9.6.1. Analiza jakościowa	458
9.6.2. Oznaczanie zawartości barbituranów.	459
9.6.3. Sposoby przeprowadzania oznaczeń w próbkach	461
9.6.4. Uwagi na temat analizy farmaceutycznej.	462
9.7. Badania tłuszczów i żywności	463
9.7.1. Badania próbek zawierających nienasycone kwasy tłuszczowe	465
9.7.2. Oznaczanie składników organicznych	472
9.7.3. Oznaczanie zabarwienia tłuszczów i olejów.	473
9.8. Badania barwników naturalnych	476
9.8.1. Cytochromy.	476
9.8.2. Porfiryny i hemoglobiny	479
9.9. Identyfikacja spektrofotometryczna	482
9.10. Uwagi końcowe	485
Literatura	486
10. Rola spektrofotometrii UV/VIS wśród innych technik analitycznych (<i>Teresa Nowicka-Jankowska, Krystyna Gorczyńska</i>)	493
Literatura	496
Skorowidz	497