

Spis treści

Wstęp.....	7
1. Zagadnienia ogólne.....	9
1.1. Analiza instrumentalna.....	9
1.2. Materiał analizowany.....	9
1.3. Dokładność wyniku analizy.....	9
1.4. Materiał odniesienia.....	9
1.5. Materiał odniesienia certyfikowany.....	9
1.6. Precyzja wyniku analizy.....	10
1.7. Powtarzalność wyniku analizy.....	10
1.8. Odtwarzalność wyniku analizy.....	10
1.9. Błąd wyniku pomiaru.....	10
1.10. Niepewność wyniku pomiaru.....	10
1.11. Wykrywalność.....	11
1.12. Oznaczalność.....	11
1.13. Czułość.....	11
1.14. Odzysk analitu.....	12
1.15. Faza nadpowierzchniowa (ang. <i>Head Space</i> – HS).....	12
1.16. Etapy analizy.....	12
2. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy.....	13
2.1. Pojęcie próbki i jej skład.....	13
2.2. Ważność pobrania i przygotowania próbek do analizy.....	13
2.3. Adsorpcja i ekstrakcja w pobieraniu i przygotowywaniu próbek.....	14
2.4. Pobieranie i przygotowanie próbek gazowych do analizy.....	14
2.4.1. Pobieranie próbek gazów bez zateżnienia analitów.....	14
2.4.2. Pobieranie gazów z zateżnieniem analitów.....	16
2.4.3. Pobieranie do płuczek.....	17
2.5. Pobieranie próbek ciekłych.....	18
2.5.1. Pobieranie do butli.....	18
2.5.2. Pobieranie do kolumnenek ekstrakcyjnych.....	18
2.6. Przygotowanie próbek ciekłych do analizy.....	19
2.6.1. Ekstrakcja ciecz–ciecz (ang. <i>Liquid–Liquid Extraction</i> – LLC).....	19
2.6.2. Ekstrakcja do fazy stałej (ang. <i>Solid Phase Extraction</i> – SPE).....	19
2.6.3. Magnetyczna ekstrakcja do fazy stałej (ang. <i>Magnetic Solid Phase-Extraction</i> – MSPE).....	20
2.6.4. Mikroekstrakcja do fazy stacjonarnej (ang. <i>Solid Phase Micro-Extraction</i> – SPME).....	21
2.6.5. Mikroekstrakcja do fazy upakowanej (ang. <i>Micro-Extraction by Packed Sorbent</i> – MEPS).....	21
2.6.6. Mikroekstrakcja pojedynczą kroplą rozpuszczalnika (ang. <i>Single Drop Micro-Extraction</i> – SDME).....	22

2.6.7.	Ekstrakcja ruchomym elementem sorpcyjnym (ang. <i>Stirr Bar Sorptive Extraction</i> – SBSE)	23
2.6.8.	Mikroekstrakcja dyspersyjna (ang. <i>Dispersive Micro-Extraction</i> – DME)	23
2.7.	Pobieranie próbek stałych	24
2.8.	Przygotowanie próbek stałych	24
2.8.1.	Ekstrakcja rozpuszczalnikami lub gazem	24
2.8.2.	Ekstrakcja aparatem Soxhleta	25
2.8.3.	Przyspieszona ekstrakcja rozpuszczalnikami (ang. <i>Accelerated Solvent Extraction</i> – ASE lub ang. <i>Pressurized Liquid Extraction</i> – PLE)	25
2.8.4.	Ekstrakcja nadkrytyczna (ang. <i>Supercritical Fluid Extraction</i> – SFE)	26
2.8.5.	Analiza fazy nadpowierzchniowej	27
2.8.6.	Procedura QuEChERS	28
3.	Chromatografia	29
3.1.	Istota metody	29
3.2.	Rodzaje chromatografii	29
3.3.	Chromatografia gazowa (ang. <i>Gas Chromatography</i> – GC)	31
3.3.1.	Aparatura do GC	31
3.3.2.	Gazy nośne	31
3.3.3.	Dozowniki	31
3.3.4.	Kolumny	32
3.3.5.	Fazy stacjonarne	34
3.3.6.	Detektory	35
3.4.	Wpływ temperatury na chromatografowanie	39
3.5.	Parametry retencji	40
3.5.1.	Sprawność kolumny	42
3.5.2.	Rozdzielczość kolumny	44
3.6.	Szybka chromatografia gazowa (ang. <i>Fast Gas Chromatography</i> – FGC)	44
3.7.	Dwuwymiarowa chromatografia gazowa (GCxGC)	45
3.8.	Chromatografy gazowe mobilne	46
3.9.	Pirolityczna chromatografia gazowa	48
3.10.	Analiza jakościowa	48
3.11.	Analiza ilościowa	49
3.11.1.	Metoda wzorca zewnętrznego (kalibracji bezwzględnej)	50
3.11.2.	Metoda wzorca wewnętrznego	51
3.11.3.	Metoda normalizacji wewnętrznej	51
3.11.4.	Metoda z dodatkiem substancji oznaczanej	52
4.	Chromatografia cieczowa kolumnowa (ang. <i>High Pressure Liquid Chromatography</i> – HPLC)	55
4.1.	Istota metody	55
4.2.	Aparatura	55
4.3.	Fazy ruchome	55
4.4.	Dozowanie próbek	56
4.5.	Kolumny	57
4.5.1.	Kolumny zwykłe	57
4.5.2.	Kolumny monolityczne	58

4.5.3. Kolumny matrycowe	58
4.6. Chromatografia w normalnym i odwróconym układzie faz	58
4.7. Chromatografia izokratyczna i gradientowa	59
4.8. Detektory.....	60
4.8.1. Detektor absorpcji nadfioletu.....	60
4.8.2. Detektor fluorescencyjny (FD).....	61
4.8.3. Detektor refraktometryczny (ang. <i>Refractive Index Detector</i> – RID)	61
4.8.4. Detektor aerozolowy promieniowania rozproszonego (ang. <i>Aerosol Spray Detector</i> – ASD)	61
4.8.5. Detektory elektrochemiczne.....	62
4.8.6. Detektory konduktometryczne.....	63
4.8.7. Spektrometry jako detektory	63
4.9. Szybka chromatografia cieczowa kolumnowa (ang. <i>Fast Liquid Chromatography</i> – FLC)	63
4.10. Dwuwymiarowa cieczowa chromatografia kolumnowa.....	65
5. Chromatografia planarna (ang. <i>Planar Chromatography</i> – PC)	67
5.1. Chromatografia cienkowarstwowa (ang. <i>Thin Layer Chromatography</i> – TLC).....	67
5.2. Płytki chromatograficzne i fazy stacjonarne	68
5.3. Fazy ruchome	68
5.4. Nanoszenie próbek na płytki	69
5.5. Komory chromatograficzne	69
5.6. Rozwijanie chromatogramów.....	70
5.7. Wywoływanie chromatogramów.....	73
5.8. Współczynnik opóźnienia (ang. <i>Retardation Factor</i> – RF, R _F)	73
5.9. Analiza jakościowa i ilościowa.....	74
6. Chromatografia nadkrytyczna (ang. <i>Supercritical Fluid Chromatography</i> – SFC)	77
7. Elektroforeza kapilarna (ang. <i>Capillary Electrophoresis</i> – CE).....	79
8. Spektrometria mas (ang. <i>Mass Spectrometry</i> – MS).....	83
9. Spektrometria ruchliwości jonów (ang. <i>Ion Mobility Spectrometry</i> – IMS) .	85
10. Absorpcyjna spektrometria atomowa (ASA) (ang. <i>Atomic Absorption Spectrometry</i> – AAS)	89
10.1. Lampy	89
10.2. Atomizery	90
10.3. Analiza jakościowa i ilościowa.....	93
11. Emisyjna spektrometria atomowa (ESA) (ang. <i>Atomic Emission Spectrometry</i> – AES)	95
11.1. Źródła wzbudzenia i techniki ESA	95
11.2. Zastosowanie ESA	96
12. Analiza elektrochemiczna.....	97
12.1. Woltamperometria.....	98

12.1.1. Polarografia	100
12.1.2. Woltamperometria z liniową zmianą potencjału	102
12.1.3. Woltamperometria pulsowa różnicowa	104
12.1.4. Woltamperometria fali prostokątnej	105
12.1.5. Woltamperometria inwersyjna	105
12.1.6. Woltamperometria hydrodynamiczna	106
12.1.7. Miareczkowanie amperometryczne	106
12.2. Potencjometria	107
12.3. Konduktometria	108
13. Analiza termiczna	111
13.1. Termograwimetria (TGA)	112
13.2. Termiczna analiza różnicowa (ang. <i>Differential Thermal Gravimetry</i> – DTA) ..	113
13.3. Różnicowa kalorymetria skaningowa (ang. <i>Differential Scanning Calorimetry</i> – DSC)	114
13.4. Miareczkowanie termometryczne (ang. <i>Thermometric Titration</i> – TT)	116
13.5. Techniki sprzężone w analizie termicznej	117
13.6. Zastosowanie analizy termicznej	118
14. Analityczne przyrządy hybrydowe (łączone)	119
15. Automatyzacja i robotyzacja w analizie instrumentalnej	121
16. Walidacja metody analitycznej	123
17. Zielona chemia analityczna	125
18. Akredytacja laboratoriów analitycznych	127
19. Polecane podręczniki	129