

Spis treści

Przedmowa	IX
O książce	X
O zasobach online	XI
Podziękowanie	XII
Wykaz skrótów	XIII
1. Podejście analityczne - definiowanie problemu	1
1.1. Wprowadzenie	1
1.2. Sześć kroków do uzyskania rozwiązania	2
1.2.1. Krok pierwszy - zdefiniowanie problemu	2
1.2.2. Krok drugi - pobieranie próbki	3
1.2.3. Krok trzeci - przygotowanie próbki	5
1.2.4. Krok czwarty - pomiary	6
1.2.5. Krok piąty - ewaluacja	7
1.2.6. Informacja analityczna	7
1.3. Pytania, pytania, pytania!	8
Uwagi do ćwiczeń i problemów	12
2. Pobieranie próbek	17
2.1. Wprowadzenie	17
2.2. Plan pobierania próbek	18
2.3. Miejsce pobierania próbek	20
2.3.1. Losowe lub selektywne pobieranie próbek?	20
2.3.2. Pobieranie próbek złożonych	22
2.3.3. Selektywne pobieranie próbek	23
2.3.4. Warstwowe pobieranie próbek	25
2.4. Częstotliwość pobierania próbek	26
2.5. Metodologia pobierania próbek	28
2.5.1. Pobieranie próbek stałych	28
2.5.2. Pobieranie próbek ciekłych	30
2.5.3. Pobieranie próbek gazowych	30
2.6. Zabezpieczenie próbek	32
Uwagi do ćwiczeń i problemów	36
3. Przygotowanie próbki	39
3.1. Wprowadzenie	39
3.2. Czynnikibrane pod uwagę przed przygotowaniem próbki	39
3.3. Próbki stałe	42

3.3.1. Suszenie	43
3.3.2. Redukcja wielkości	43
3.3.2.1. Zanieczyszczenie	45
3.3.2.2. Przesianie	47
3.3.3. Rozpuszczanie	48
3.3.3.1. Proste rozpuszczanie rozpuszczalnikiem	50
3.3.3.2. Suche spoielanie	50
3.3.3.3. Mineralizacja	50
3.4. Próbkki ciekle	56
3.4.1. Stabilizacja próbkki	56
3.4.2. Mineralizacja cieczy	56
3.4.3. Suszenie	56
3.5. Próbkki gazowe	56
3.6. Separacja i ekstrakcja	57
3.6.1. Techniki rozdzielania	57
3.6.1.1. Filtracja	57
3.6.1.2. Wirowanie	57
3.6.2. Wstępne zateżanie	57
3.6.2.1. Ekstrakcja rozpuszczalnikiem	59
3.6.2.2. Ekstrakcja do fazy stałej	61
Rozwiązania ćwiczeń i problemów	62
4. Instrumentalne techniki pomiarowe	69
4.1. Wprowadzenie	69
4.2. Jakie są etapy pomiaru?	69
4.3. Podstawowa klasyfikacja technik analitycznych	70
4.3.1. Techniki chemiczne	70
4.3.2. Techniki biochemiczne	72
4.3.3. Techniki elektrochemiczne	72
4.3.4. Techniki termiczne	73
4.3.5. Techniki spektroskopowe (elektromagnetyczne) molekularne	74
4.3.6. Spektroskopia (elektromagnetyczna) atomowa	75
4.3.7. Spektroskopia (elektromagnetyczna) strukturalna	76
4.3.8. Spektrometria (mas)	76
4.3.9. Spektroskopia (magnetyczna)	77
4.3.10. Technika elementarna	77
4.3.11. Rozdzielanie	78
4.4. Szczegółowe opisy wybranych technik	79
4.4.1. Spektrometria atomowa	79
4.4.1.1. Absorpcyjna spektrometria atomowa z atomizacją w płomieniu (FAAS)	79
4.4.1.2. Emisyjna spektroskopia atomowa z indukcyjnie sprzężoną plazmą (ICP-AES)	80
4.4.2. Spektroskopia molekularna	82
4.4.2.1. Spektroskopia UV-vis	82
4.4.2.2. Spektrometria fluorescencyjna	83
4.4.3. Chromatografia	85
4.4.3.1. Chromatografia gazowa (GC)	85
4.4.3.2. Wysokosprawna chromatografia cieczowa	88

4.5. Klasyfikacja technik analitycznych	90
4.6. Wybór właściwej techniki	92
4.6.1. Zakres roboczy	96
4.6.2. Selektywność	99
Odpowiedzi do ćwiczeń i problemów	111
5. Kalibracja i analiza ilościowa	121
5.1. Wprowadzenie	121
5.2. Analiza jakościowa czy ilościowa?	121
5.3. Jednostki	123
5.4. Kalibracja przyrządu	123
5.4.1. Przygotowanie roztworów roboczych	124
5.4.2. Przygotowanie krzywej kalibracyjnej	126
5.4.2.1. Regresja liniowa	126
5.4.3. Dodatek wzorca	130
5.5. Analiza ilościowa	131
5.5.1. Korzystanie z kalibracji	131
5.6. Źródła błędów	132
5.6.1. Pobieranie i przygotowanie próbki	132
5.6.1.1. Homogeniczność próbki	132
5.6.1.2. Zanieczyszczenia i straty	133
5.6.1.3. Niestabilność chemiczna	134
5.6.2. Błędy instrumentalne	134
5.6.2.1. Zakłócenia niespektroskopowe	134
5.6.2.2. Zakłócenia spektroskopowe	137
Uwagi do ćwiczeń i problemów	139
6. Materiały odniesienia i normy	151
6.1. Czym są materiały odniesienia?	151
6.2. Spójność pomiarowa (identyfikowalność)	152
6.3. Zastosowanie materiałów odniesienia	152
6.3.1. Dostępność materiałów odniesienia	155
6.3.2. Wybór materiałów odniesienia	155
Uwagi do ćwiczeń i problemów	158
7. Podstawy statystyki	161
7.1. Wprowadzenie	161
7.2. Wizualizacja danych	162
7.2.1. Wykres błąb	162
7.2.2. Histogram	162
7.2.3. Wykres pudełkowy (ramka-wąsy)	163
7.3. Obliczenia statystyczne	166
7.3.1. Populacja i próba	166
7.3.2. Średnia	166
7.3.3. Wariancja	167
7.3.4. Odchylenie standardowe	167
7.3.5. Względne odchylenie standardowe	168
7.3.6. Błąd standardowy średniej	169
7.3.7. Stopnie swobody	169

7.4. Testy statystyczne	169
7.4.1. t-test	170
7.4.2. F-test	176
Uwagi do ćwiczeń i problemów	179
8. Błąd pobierania próbek	187
8.1. Wprowadzenie	187
8.2. Co to jest błąd pobierania próbek?	187
8.2.1. Wielkość błędu	189
8.3. Pobieranie próbek dla określonego poziomu precyzji	193
8.3.1. Jaka wielkość próbki?	193
8.3.2. Ile próbek?	195
Uwagi do ćwiczeń	197
9. Walidacja metody i zapewnienie jakości	201
9.1. Wprowadzenie	201
9.2. Charakterystyka jakości (spójności)	202
9.2.1. Granica wykrywalności	203
9.2.2. Poprawność	206
9.2.3. Współczynnik odzysku	207
9.2.4. Zakres liniowy	208
9.2.5. Precyzja	209
9.2.6. Selektywność	209
9.2.7. Elastyczność, wytrzymałość, odporność	211
9.3. Zarządzanie jakością	214
9.3.1. Zapewnienie jakości	214
9.3.1.1. Standardowa procedura operacyjna	214
9.3.1.2. Zapisy laboratoryjne	215
9.3.1.3. Przykładowy rejestr	215
9.3.1.4. Arkusz testowy	216
9.3.1.5. Archiwum	216
9.3.1.6. Harmonogram kalibracji	216
9.3.2. Kontrola jakości	216
9.3.2.1. Wzbogacone próbki	216
9.3.2.2. Karta Shewharta	217
9.3.2.3. Wykres przedziałów ruchomych	218
Uwagi do ćwiczeń i problemów	223
Dodatek A	235
Słownik	243
Indeks	247