

<b>OBSAH</b> .....	<b>3</b>
<b>1 ANALÝZA ANORGANICKÝCH LÁTEK A JEJÍ METODY</b> .....	<b>7</b>
1.1 Zameranie knihy .....	7
1.2 Analytická chémia.....	7
1.3 Požiadavky na chemickú analýzu .....	9
1.4 Rozdelení metod anorganické analýzy.....	11
<b>2 OPTICKÉ METÓDY</b> .....	<b>15</b>
2.1 Obecné princípy .....	15
2.1.1 Elektromagnetické spektrum .....	15
2.1.2 Niektoré špeciálne vlastnosti žiarenia z optickej oblasti elektromagnetického spektra.....	16
2.1.3 Emisia a absorpcia optického elektromagnetického žiarenia .....	17
2.2 Geometrická optika .....	20
2.2.1 Zákon lomu svetla.....	20
2.2.2 Zobrazovací soustavy .....	20
2.3 Fyzikální (vlnová) optika .....	21
2.4 Spektrální přístroj.....	23
2.5 Fotodetektory .....	26
2.5.1 Typy fotodetektorů .....	26
2.5.2 Základní parametry a charakteristika fotodetektorů .....	26
2.5.3 Vnější fotoelektrický jev.....	26
2.5.4 Vnitřní fotoelektrický jev.....	28
<b>3 SPEKTROMETRIE S INDUKČNĚ VÁZANÝM PLAZMATEM</b> .....	<b>31</b>
3.1 Úvod.....	31
3.2 Generování indukčně vázaného plazmatu.....	31
3.2.1 Princip výboje .....	31
3.2.2 Generátory ICP .....	32
3.2.3 Plazmové hlavice .....	33
3.3 Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem ICP-OES .....	34
3.3.1 Fyzikální vlastnosti .....	34
3.3.2 Excitační mechanismy .....	35
3.3.3 Prostorové rozdělení intenzity emise ve výboji ICP .....	38
3.4 Zavádění vzorku do indukčně vázaného plazmatu .....	40
3.4.1 Úvod .....	40
3.4.2 Systémy zmlžování a transportu aerosolu.....	41
3.4.3 Mechanismy zmlžování roztoků a transportu aerosolu .....	48
3.5 Hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem ICP-MS.....	49
3.5.1 Úvod .....	49
3.5.2 Hmotnostní spektrum a spektrální interference .....	51
3.5.3 Nespektrální interference (matrix effects) a drift signálu .....	56
3.5.4 Meze detekce .....	60
<b>4 OPTICKÁ EMISNÍ SPEKTROMETRIE</b> .....	<b>61</b>
4.1 Optická emisní spektrometrie na pevných vzorcích .....	61
4.1.1 Úvod .....	61
4.1.2 OES z pevného vzorku .....	62
4.2 Optická emisní spektrometrie s doutnavým výbojem (GDOES) .....	71
4.2.1 Úvod .....	71
4.2.2 Konstrukce GDOES.....	71
4.2.3 Požiadavky na vzorek .....	74
4.2.4 Etapy GDOES analýzy .....	75
4.2.5 Kalibrace GDOES.....	76
4.2.6 Profilová analýza .....	77
4.2.7 Možné nepřesnosti měření .....	77
4.2.8 Výhody a aplikační možnosti GDOES .....	78

4.3	Spektroskopie laserem buzeného plazmatu – LIBS .....	79
4.3.1	Princip metody .....	79
4.3.2	Instrumentace .....	79
4.3.3	Fyzikální základy metodiky .....	81
4.3.4	Dvoupulzní uspořádání .....	82
4.3.5	Studium hloubkových profilů .....	83
4.3.6	Povrchové mapování .....	83
4.3.7	Dálková analýza .....	84
<b>5</b>	<b>ATOMOVÁ ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIE.....</b>	<b>85</b>
5.1	Základní fyzikální principy .....	85
5.2	Základní prvky instrumentace v AAS .....	88
5.2.1	Atomová absorpční spektrometrie s čárovými zdroji .....	88
5.2.2	Atomová absorpční spektrometrie s kontinuálním zdrojem .....	98
5.2.3	Atomizátory .....	100
5.3	Analytické parametry a metodologie v AAS .....	110
5.3.1	Detekční schopnost a citlivost metody.....	110
5.3.2	Pracovní rozsah a postupy standardizace.....	111
5.3.3	Kontrola a zabezpečení kvality výsledků.....	112
5.3.4	Metodiky analýzy anorganických látek a doporučená literatura.....	113
<b>6</b>	<b>HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE.....</b>	<b>115</b>
6.1	Instrumentace anorganické hmotnostní spektrometrie.....	115
6.1.1	Iontové zdroje .....	115
6.1.2	Hmotnostní analyzátory .....	116
6.1.3	Detektory iontů .....	119
6.1.4	Vakuový systém.....	120
6.2	Spektrometry ICP-MS.....	122
6.2.1	Vnášení vzorků do ICP/MS .....	123
6.2.2	Iontový zdroj.....	123
6.2.3	Interface .....	123
6.2.4	Iontová optika .....	124
6.2.5	Analyzátor iontů .....	124
6.2.6	Detektor .....	124
6.3	ICP-MS jako prvkově specifický detektor pro chromatografické techniky .....	124
6.3.1	Spojení kapalinové chromatografie s ICP-MS.....	125
6.3.2	Spojení plynové chromatografie s ICP-MS .....	126
6.3.3	Spojení kapilární elektroforézy s ICP-MS .....	126
<b>7</b>	<b>METODY RENTGENOVÉ ANALÝZY .....</b>	<b>129</b>
7.1	Metody využívající rentgenové záření a jejich postavení v analytické chemii .....	129
7.2	Základy rentgenové spektrometrie .....	130
7.2.1	Vznik rtg záření a zákonitosti rtg spektra .....	130
7.2.2	Interakce rtg záření s hmotou .....	134
7.3	Vlnově disperzní spektrometr .....	138
7.3.1	Buzení .....	138
7.3.2	Monochromatizace.....	140
7.3.3	Detekce .....	143
7.3.4	Filtrace .....	145
7.3.5	Elektronické konstrukční prvky rtg spektrometrů .....	145
7.3.6	Základní parametry přístrojů.....	145
7.4	Princip a funkce energodispersních rtg. Spektrometrů .....	147
7.4.1	Historie.....	147
7.4.2	Konstrukce EDS .....	148
7.4.3	Zdroje excitujícího záření .....	148
7.4.4	Polovodičový detektor .....	150
7.4.5	Energetické spektrum .....	151
7.4.6	Kvantitativní analýza – zvláštnosti EDS.....	153

7.5	Zdroje chyb ve WD XRF analýze.....	154
7.5.1	Úvod .....	154
7.5.2	Chyby vyplývající z nesprávného zadání dat do analytického programu.....	154
7.5.3	Chyby související s atestací a výběrem certifikovaných referenčních materiálů .....	154
7.5.4	Chyby aparatury.....	155
7.5.5	Chyby odběru a přípravy vzorků .....	157
7.5.6	Chyby způsobené vlivy absorpce a přibuzování.....	160
7.5.7	Chyby teoretických metod korekce matričních vlivů .....	162
7.6	Nové směry v RTG spektrometrii.....	163
7.6.1	Úvod .....	163
7.6.2	Pokroky v experimentální sféře .....	173
7.7	Elektronová mikroskopie a mikroanalýza.....	174
7.7.1	Interakce elektronového svazku se vzorkem .....	174
7.7.2	Konstrukce elektronových mikroskopů .....	175
7.7.3	Rentgenová spektrometrie .....	176
7.7.4	Aplikace elektronové mikroanalýzy .....	177
7.8	Rentgenová prášková difrakce.....	177
7.8.1	Základy rentgenové difrakce .....	178
7.8.2	Podmínky a omezení.....	178
7.8.3	Techniky získávání práškových difrakčních dat.....	179
7.8.4	Použití rentgenových práškových difrakčních dat.....	180
<b>8</b>	<b>ELEKTROANALYTICKÁ CHÉMIA.....</b>	<b>183</b>
8.1	Úvod.....	183
8.2	Elektrody a elektrochemické články .....	183
8.3	Referenční elektrody .....	186
8.4	Potenciometria .....	187
8.4.1	Sklená elektroda.....	187
8.4.2	Fluoridovoselektivna elektroda.....	188
8.4.3	Priama potenciometria .....	189
8.4.4	Potenciometrické titrácie .....	189
8.5	Konduktometria .....	189
8.6	Voltampérometria .....	191
8.6.1	Pracovné elektrody .....	192
8.6.2	Elektrodové procesy .....	195
8.6.3	Transport látky v roztoku.....	196
8.6.4	Voltampérometria s lineárnou zmenou potenciálu .....	198
8.6.5	Cyklická voltampérometria.....	200
8.6.6	Pulzové voltampérometrické metódy .....	201
8.6.7	Rozpúšťacia voltampérometria a chronopotenciometria .....	202
8.7	Coulometria.....	204
8.7.1	Coulometria pri konštantnom potenciáli.....	205
8.7.2	Galvanostatická coulometria (coulometrické titrácie).....	206
8.7.3	Coulometria v tenkej vrstve roztoku.....	207
<b>9</b>	<b>SEPARAČNÍ TECHNIKY.....</b>	<b>211</b>
9.1	Iontová chromatografie .....	211
9.1.1	Úvod .....	211
9.1.2	Princip metody.....	211
9.1.3	Instrumentace.....	212
9.1.4	Aplikace.....	214
9.1.5	Závěr .....	216
9.2	Elektroforetické techniky .....	217
9.2.1	Teoretické princípy .....	217
9.2.2	Zónová elektroforéza .....	221
9.2.3	Izotachoforéza.....	223
9.2.4	Aplikácie ITP a CZE.....	226

<b>10</b>	<b>TERMOANALYTICKÉ METODY</b> .....	<b>231</b>
10.1	Úvod.....	231
10.2	Charakteristika a rozdělení termoanalytických metod.....	231
10.3	Principy a analytické parametry hlavních termoanalytických metod.....	231
10.3.1	Termochemické metody.....	231
10.3.2	Termogravimetrická analýza (TGA).....	232
10.3.3	Diferenční termická analýza (DTA).....	233
10.3.4	Integrované (simultánní) termoanalytické metody.....	233
10.3.5	Termoevoluční analytické metody.....	234
10.3.6	Elementární termoevoluční analyzátoři.....	234
10.3.7	Ostatní termoanalytické metody.....	237
10.4	Využití termoanalytických metod v praxi.....	237
10.4.1	Využití termoanalytických metod v metalurgii a strojírenství.....	238
10.4.2	Využití termoanalytických metod v energetice.....	239
10.4.3	Využití termoanalytických metod v oblasti analýzy složek životního prostředí.....	240
10.5	Závěr.....	241
<b>11</b>	<b>PRŮTOKOVÉ METODY</b> .....	<b>243</b>
11.1	Úvod.....	243
11.1.1	Průtokový systém se segmentovaným tokem (SCFA).....	244
11.1.2	Průtokový injekční systém (FIA).....	244
11.1.3	Sekvenční injekční systém (SIA).....	245
11.2	Průtoková injekční analýza (FIA).....	246
11.2.1	Instrumentace.....	246
11.3	Příklady speciálních technik.....	247
11.3.1	Rozklad vzorků.....	247
11.3.2	Ředění vzorku a kalibrace.....	247
11.3.3	Separáční a obohacovací techniky.....	247
11.3.4	FIA jako modul pro přípravu vzorků v kombinovaných technikách.....	249
11.4	Příklady aplikací.....	250
11.4.1	Anionty.....	250
11.4.2	Iony kovů.....	250
11.4.3	Stanovení specií prvků.....	250
11.4.5	Aplikace z pohledu matrice vzorků.....	250
<b>12</b>	<b>ŠPECIAČNÁ ANALÝZA</b> .....	<b>253</b>
12.1	Úvod.....	253
12.2	Definície pre prvkovú špeciáciu a frakcionáciu.....	253
12.3	Význam stanovenia špecií.....	254
12.4	Metodológia špeciálnej analýzy.....	255
12.5	Inštrumentálne metódy.....	256
12.5.1	Analýza tuhých vzoriek.....	256
12.5.2	Analýza kvapalných vzoriek.....	257
12.5.3	Separácia.....	258
12.6	Zabezpečenie kvality výsledkov.....	259
12.7	Vývoj a aplikačné postupy.....	260
<b>13</b>	<b>ODBĚR A ÚPRAVA VZORKŮ</b> .....	<b>263</b>
13.1	Obecné zásady vzorkování.....	263
13.1.1	Odběr vzorků.....	263
13.1.2	Příprava k odběru vzorků.....	263
13.1.3	Vlastní odběr vzorků.....	264
13.1.4	Uchování vzorku a transport do laboratoře.....	265
13.1.5	Obecný postup odběru vzorku.....	265
13.2	Vzorkovací nástroje a zařízení.....	266
13.2.1	Způsob odběru vzorku.....	266

13.2.2	Vlastnosti vzorkovaného celku .....	267
13.3	Příprava vzorků pro analýzu z roztoků .....	268
13.3.1	Úvod .....	268
13.3.2	Metody rozkladu .....	268
13.3.3	Další způsoby přípravy vzorku .....	271
13.4	Příprava kovových vzorků pro spektrometrickou analýzu .....	275
13.4.1	Úprava vzorku broušením a frézováním .....	275
13.4.2	Příprava vzorku přetavováním .....	277
13.5	Příprava vzorků nekovových materiálů k chemické analýze metodou rentgen fluorescenční spektrometrie .....	278
13.5.1	Vzorky k analýze .....	278
13.5.2	Rozměňování materiálů s cílem docílení odpovídající zrnitosti .....	278
13.5.3	Problémy při přípravě vzorků k analýze .....	281
13.5.4	Příprava vzorků k XRF analýze .....	282
13.5.5	Vady práškových a lisovaných vzorků .....	283
13.5.6	Tavené vzorky .....	283
13.5.7	Kapalné vzorky .....	284
<b>14</b>	<b>VOLBA ANALYTICKÉ METODY .....</b>	<b>285</b>
<b>15</b>	<b>APLIKACE ANALYTICKÝCH METOD .....</b>	<b>289</b>
15.1	Kontrola životního prostředí .....	289
15.1.1	Využití spektrometrických metod .....	289
15.1.2	Analýzy vodných výluhů materiálů .....	289
15.1.3	Analýzy vzorků ovzduší .....	291
15.2	Hutnictví a strojírenství .....	295
15.2.1	Charakteristika úkolů chemické laboratoře v hutním podniku .....	295
15.2.2	Materiálové toky a časové nároky na analýzu v jednotlivých fázích výroby surového železa a oceli .....	296
15.2.3	Metoda OES s buzením elektrickou jiskrou, analyzované materiály, stanovované prvky .....	297
15.2.4	Využití metody PDA/OES .....	297
15.2.5	Metoda WD XRF, analyzované materiály, stanovované prvky .....	298
15.2.6	Termoevoluční metody stanovení C, S, O, N, H .....	299
15.2.7	Aplikace elektronové mikroskopie a mikroanalýzy ED XRF .....	299
15.2.8	Význam a uplatnění klasické analytické laboratoře v hutním podniku ("mokrý metody - wet methods") .....	300
15.3	Analýza silikátů a skel .....	301
15.3.1	Úvod .....	301
15.3.2	Klasické metody .....	302
15.3.3	Metody AAS a ICP .....	302
15.3.4	Metody rentgenové fluorescence (RFA) .....	303
15.3.5	Problematika analýz silikátů, skel a surovin pro jejich výrobu z pohledu požadavků na vlastnosti výrobků, požadavků technologických, environmentálních a spotřebitelských .....	304
15.4	Potraviny a zemědělské produkty .....	304
15.4.1	Stanovení majoritních a stopových prvků .....	304
15.4.2	Stanovení aniontů anorganických kyselin .....	311
15.5	Klinická biochemie a toxikologie .....	317
15.5.1	Klinická biochemie – vybrané anorganické analyty .....	318
15.5.2	Toxikologie – vybrané anorganické analyty .....	321
15.6	Kriminalistické a celní laboratoře .....	323
15.6.1	Kriminalistické laboratoře .....	323
15.6.2	Význam stanovení anorganických látek pro celní správu .....	328