

OBSAH

1	ÚVOD	7
2	SPEKTRÁLNÍ METODY	8
2.1	Hmotnostní spektrometrie.....	8
2.1.1	Princip hmotnostní spektrometrie.....	8
2.1.2	Instrumentace hmotnostní spektrometrie.....	9
2.2	Atomová spektrometrie.....	11
2.2.1	Atomová spektra.....	12
2.2.1.1	Energetické hladiny atomů v přítomnosti magnetického pole.....	14
2.2.1.2	Výběrová pravidla a dovolené přechody ve spektrech.....	15
2.2.1.3	Vlastnosti spektrálních čar.....	15
2.2.2	Atomová emisní spektrometrie.....	16
2.2.2.1	Zdroje budící energie.....	17
2.2.2.2	Spektrální rozklad emitovaného záření.....	21
2.2.2.3	Detektory.....	24
2.2.2.4	Hmotnostní spektrometrie s ionizací v indukčně vázaném plazmatu.....	26
2.2.2.5	Konstrukce atomových emisních spektrometrů.....	27
2.2.3	Atomová absorpční spektrometrie.....	28
2.2.3.1	Vlastnosti absorpčních spekter.....	29
2.2.3.2	Instrumentální vybavení.....	29
2.2.4	Rentgenová fluorescenční spektrometrie.....	35
2.2.4.1	Vznik rentgenového spektra.....	36
2.2.4.2	Instrumentální technika.....	37
2.2.4.3	Kvalitativní a kvantitativní RTG analýza.....	41
2.3	Molekulová spektrometrie.....	42
2.3.1	Spektrometrie elektronových přechodů – UV-VIS spektrometrie.....	42
2.3.1.1	Elektronové přechody v molekulách s kovalentními vazbami.....	42
2.3.1.2	Elektronové přechody v molekulách s koordinační vazbou.....	44
2.3.1.3	Elektronové přechody s přenosem náboje.....	45
2.3.1.4	Pravidla elektronových přechodů a intenzity absorpčních pásů.....	45
2.3.1.5	Příklady využití UV-VIS spektrometrie.....	46
2.3.1.6	Instrumentace UV-VIS spektrometrie.....	47
2.3.1.7	Kvalitativní a kvantitativní využití UV-VIS spektrometrie.....	48
2.3.1.8	Luminiscenční spektrometrie.....	50
2.3.2	Infračervená spektrometrie.....	52
2.3.2.1	Vznik IČ spekter.....	53
2.3.2.2	Druhy vibrační polyatomových molekul.....	55
2.3.2.3	Instrumentace infračervené spektrometrie.....	58
2.3.2.4	Kvalitativní a kvantitativní využití infračervené spektrometrie.....	60
3	OPTICKÉ METODY	61
3.1	Refraktometrie.....	61
3.1.1	Abbeho refraktometr.....	62
3.2	Interferometrie.....	63
3.3	Polarimetrie.....	64
3.3.1	Polarimetr.....	65

4	ELEKTROANALYTICKÉ METODY	66
4.1	Potenciometrie	66
4.1.1	Základní principy metody	66
4.1.2	Elektrody	68
4.1.2.1	Elektrody prvního druhu	68
4.1.2.2	Elektrody druhého druhu	69
4.1.2.3	Oxidačně-redukční elektrody	70
4.1.2.4	Membránové elektrody	70
4.1.3	Analytické využití potenciometrie	75
4.2	Polarografie a voltametrie	76
4.2.1	Polarografie	76
4.2.1.1	Polarizace kapkové elektrody	78
4.2.1.2	Difuzní proud	78
4.2.1.3	Kapacitní proud	80
4.2.1.4	Ostatní proudy	80
4.2.1.5	Nosný elektrolyt	80
4.2.1.6	Polarografická měření	80
4.2.1.7	Příprava vzorku k polarografické analýze	81
4.2.1.8	Omezení vlivu kapacitního proudu	81
4.2.1.9	Polarografická kvantitativní analýza	83
4.2.2	Voltametrie	84
4.3	Konduktometrie	85
4.3.1	Vodivost	85
4.3.2	Měrná vodivost	85
4.3.3	Molární vodivost	86
4.3.4	Měření měrné vodivosti	87
4.3.4.1	Přímá konduktometrie	87
4.3.4.2	Nepřímá konduktometrie	87
4.3.4.3	Bezkontaktní konduktometrie	88
4.4	Amperometrie	88
5	CHROMATOGRRAFIE	90
5.1	Úvod	90
5.2	Termodynamické aspekty separace	91
5.2.1	Adsorpční chromatografie	91
5.2.2	Rozdělovací chromatografie	92
5.2.2.1	Rozdělovací chromatografie plynová	92
5.2.2.2	Rozdělovací chromatografie kapalinová	93
5.2.3	Chromatografie s mechanismem síťového efektu	93
5.2.4	Iontově-výměnná chromatografie	94
5.2.5	Afinitní chromatografie	94
5.3	Kinetické aspekty separace	94
5.3.1	Základní kinetické faktory	94
5.3.2	Teorie chromatografického patra	96
5.3.3	Difuzní teorie	96
5.3.3.1	Turbulentní difuze	97
5.3.3.2	Molekulární difuze	97

5.3.3.3	Odpor proti převodu hmoty	98
5.3.4	Rozlišení	99
5.3.4.1	Faktor selektivity	99
5.3.4.2	Faktor účinnosti	100
5.3.4.3	Faktor retence	100
5.4	Instrumentální uspořádání chromatografických technik	100
5.4.1	Plynová chromatografie	100
5.4.1.1	Dávkovací zařízení	101
5.4.1.2	Chromatografické kolony	101
5.4.1.3	Detektory	103
5.4.1.4	Aplikace plynové chromatografie	105
5.4.2	Kapalinová chromatografie	107
5.4.2.1	Kapalinová chromatografie v plošném uspořádání	107
5.4.2.2	Kapalinová chromatografie v kolonovém uspořádání	108
5.4.2.3	Aplikace kapalinové chromatografie	115
6	ELEKTROMIGRAČNÍ METODY	116
6.1	Migrace iontů v elektrickém poli	116
6.1.1	Elektroosmotický tok	118
6.1.2	Joulovo teplo	119
6.2	Elektromigrační separační metody	119
6.2.1	Plošná elektroforéza	119
6.2.2	Izoelektrická fokusace	121
6.2.3	Kapilární elektroforéza	122
6.2.3.1	Účinnost separace	123
6.2.3.2	Dávkování vzorku	125
6.2.3.3	Detektory	126
6.2.3.4	Další způsoby kapilární elektroforézy	128
6.2.4	Kapilární izotachoforéza	128
6.2.5	Kapilární izoelektrická fokusace	131
6.2.6	Micelární elektrokinetická chromatografie	132
6.2.7	Kapilární gelová elektroforéza	132
6.2.8	Kapilární elektrochromatografie	133
6.2.9	Separace na mikročipech	133
7	TERMEOVOLUČNÍ A SPALOVACÍ ELEMENTÁRNÍ ANALÝZA PEVNÝCH LÁTEK.....	134
7.1	Stanovení dusíku, kyslíku a vodíku v ocelích	134
7.2	Stanovení uhlíku a síry v pevných vzorcích	135
8	VYHODNOCOVÁNÍ NAMĚŘENÝCH DAT	137
8.1	Základní statistické pojmy	137
8.1.1	Rozdělení základního souboru	138
8.1.2	Míry polohy	139
8.1.3	Míry variability	140
8.1.4	Intervalové odhady	141
8.1.5	Míry tvaru	141
8.2	Statistické testy	142

8.2.1	Testování výsledků	142
8.2.2	Testování shody dvou průměrů.....	143
8.2.3	Testování správnosti průměru.....	144
8.2.4	Testování shody dvou směrodatných odchylek	144
8.3	Validace analytických metod	145
8.3.1	Ověření identity analytu.....	145
8.3.2	Specifičnost a selektivita metody.....	145
8.3.3	Vyhodnocování analytického signálu	145
8.3.3.1	Metoda kalibrační křivky.....	146
8.3.3.2	Metoda standardních přídavek	146
8.3.3.3	Metody vnitřního standardu.....	147
8.3.4	Mez detekce a stanovitelnosti	147
8.3.5	Citlivost.....	148
8.3.6	Výtěžnost postupu.....	148
8.3.7	Pravdivost a preciznost metody	149
8.3.8	Robustnost metody.....	149