

Úvod .....	7
1 <u>Základy analytické metrologie</u> .....	11
1.1 Úvod .....	11
1.2 Vyhodnocení signálu .....	13
1.2.1 Vyhodnocení hrubých výsledků .....	13
1.2.2 Oprava na slepý pokus .....	14
1.3 Metrologické vlastnosti výsledků .....	16
1.3.1 Vlastnosti popisující rozptýlení (variabilitu) .	16
1.3.1.1 Přesnost výsledku .....	16
1.3.1.2 Opakovatelnost .....	17
1.3.1.3 Reprodukovatelnost .....	17
1.3.2 Interval spolehlivosti .....	17
1.3.3 Tolerované rozpětí $R_{max}$ .....	18
1.4 Metrologické vlastnosti metody .....	18
1.4.1 Mez detekce .....	19
1.5 Statistické testování .....	21
1.5.1 Grubbsův test odlehlosti .....	21
1.5.2 Test shody dvou různých rozptylů .....	22
1.5.3 Studentův test .....	23
1.5.3.1 Test shody průměrů se známou hodnotou .....	23
1.5.3.2 Test shody dvou průměrů .....	23
1.6 Další statistické postupy .....	24
2 <u>Metody atomové spektrometrie</u> .....	25
2.1 Atomová absorpční spektrometrie .....	29
2.2 Instrumentace AAS .....	30
2.2.1 Zdroje primárního záření .....	30
2.2.2 Monochromátory .....	32
2.2.3 Detektory a vyhodnocovací zařízení .....	32
2.3 Korekce pozadí .....	33
2.4 Atomizace v plameni .....	38
2.4.1 Rušivé vlivy v plamenové AAS a jejich eliminace	42
2.4.2 Optimalizace podmínek a parametrů v plamenové AAS .....	43
2.5 Elektrotermické atomizátory (ETA) .....	47
2.5.1 Funkce ETA .....	47
2.5.2 Atomizace z platformy a ze sondy .....	51
2.5.3 Typy analyzovaných materiálů .....	55

2.6	Metodické problémy při vývoji analytické metody AAS s ETA .....	56
2.6.1	Nastavení přístrojových parametrů .....	56
2.6.2	Optimalizace parametrů grafitové kyvety a volba teplotního programu .....	58
2.6.3	Optimalizace metody s reálným vzorkem .....	61
2.6.4	Sledování nespektrálních rušivých vlivů .....	63
2.7	Příklady vývoje metodických postupů technikou ETA na stanovení vybraných analytů v biologickém materiálu .....	67
2.7.1	Stanovení olova v krvi .....	67
2.7.2	Stanovení olova v moči .....	70
2.7.3	Stanovení selénu v krevním séru .....	71
2.8	Generování hydridů .....	75
2.9	Stanovení rtuti .....	78
2.9.1	Technika studených par .....	78
2.9.2	Analyzátor stopových množství rtuti TMA 254 .....	80
2.10	Přístroje AAS v ČSSR .....	81
3	<u>Emisní a fluorescenční spektrometrie</u> .....	85
3.1	Atomová emisní spektrometrie .....	85
3.2	Emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem .....	86
3.3	Atomová fluorescenční spektrometrie .....	89
3.3.1	Instrumentace AFS .....	90
4	<u>Předběžná úprava vzorku biologického materiálu</u> .....	91
4.1	Typy analyzovaných materiálů .....	91
4.2	Odběr vzorků .....	92
4.3	Homogenizace .....	98
4.4	Analytický vzorek .....	101
4.4.1	Druhy vzorků .....	101
4.4.2	Hmotnost konečného vzorku .....	102
4.4.3	Vzorek pro analýzu .....	103
4.4.4	Analytický vzorek .....	104
4.5	Rozklad vzorků .....	106
4.5.1	Suchý rozklad při vyšších teplotách .....	113
4.5.2	Suchý rozklad při nižších teplotách .....	115
4.5.3	Spálení v proudě kyslíku .....	116
4.5.4	Mokrý rozklad v otevřeném systému .....	116

4.5.5	Tlakový rozklad .....	117
4.5.6	Solubilizace tkání .....	119
4.6	Prekoncentrace - separace .....	120
5	<u>Příklady vybraných metod stanovení chemických prvků technikou AAS</u> .....	121
5.1	Stanovení chromu v biologickém materiálu metodou plamenové AAS .....	121
5.2	Stanovení kadmia v biologickém materiálu metodou plamenové AAS .....	122
5.3	Stanovení manganu v biologickém materiálu meto- dou plamenové AAS .....	123
5.4	Stanovení olova v biologickém materiálu metodou plamenové AAS .....	124
5.5	Stanovení olova v mléce metodou AAS s použitím ETA .....	125
5.6	Stanovení olova v játrech .....	126
5.7	Stanovení vápníku, hořčíku, draslíku a sodíku v mléce metodou plamenové AAS, event. AES .....	127
5.8	Stanovení železa v biologickém materiálu meto- dou plamenové AAS .....	128
5.9	Stanovení arzenu v půdách a sedimentech hydri- dovou technikou .....	130
5.10	Stanovení rtuti v biologickém materiálu .....	131
5.11	Stanovení selénu v biologickém materiálu a v půdě	133
5.12	Stanovení mědi v biologickém materiálu metodou plamenové AAS .....	134
5.13	Stanovení zinku v biologickém materiálu metodou plamenové AAS .....	135
	Přehled literatury .....	137
	Věcný rejstřík .....	145