

OBSAH	3
1 ANALÝZA ANORGANICKÝCH LÁTEK A JEJÍ METODY	7
1.1 Zameranie knihy	7
1.2 Analytická chémia.....	7
1.3 Požiadavky na chemickú analýzu	9
1.4 Rozdelení metod anorganické analýzy.....	11
2 OPTICKÉ METÓDY	15
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
3 SPEKTROMETRIE S INDUKČNĚ VÁZANÝM PLAZMATEM	31
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
4 OPTICKÁ EMISNÍ SPEKTROMETRIE	61
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 Požadavky 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
5	ATOMOVÁ ABSORPČNÍ SPEKTROMETRIE	85
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
6	HMOTNOSTNÍ SPEKTROMETRIE	115
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
7	METODY RENTGENOVÉ ANALÝZY	129
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	174
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 difrakometrie	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
8	ELEKTROANALYTICKÁ CHÉMIA.....	183
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
9	SEPARAČNÍ TECHNIKY.....	211
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

10	TERMOANALYTICKÉ METODY	231
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
11	PRŮTOKOVÉ METODY	243
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	Separční 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	Ionty kovů.....	250
11.4.3	Stanovení specií prvků.....	250
11.4.5	Aplikace z pohledu matrice vzorků.....	250
12	ŠPECIAČNÁ ANALÝZA	253
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
13	ODBĚR A ÚPRAVA VZORKŮ	263
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	Rozmělňování 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
14	VOLBA ANALYTICKÉ METODY	285
15	JADERNÉ ANALYTICKÉ METODY	289
15.1	Úvod	289
15.2	Neutronová aktivační analýza (NAA)	290
15.2.1	Princip	290
15.2.2	Kalibrace	292
15.2.3	Metodické postupy NAA	293
15.2.4	Hlavní aplikace a zhodnocení metody NAA	298
15.3	Promptní gama neutronová aktivační analýza (PGAA)	301
15.3.1	Princip	301
15.3.2	Kalibrace	301
15.3.3	Metodické postupy PGAA	302
15.3.4	Hlavní aplikace a zhodnocení metody PGAA	303
15.4	Fotonová aktivační analýza (PAA)	304
15.4.1	Princip	304
15.4.2	Fotojaderné reakce	305
15.4.3	Základní vztahy a kalibrace	305
15.4.4	Zdroje fotonů	306
15.4.5	Aplikace PAA	306
15.4.6	Závěr	307
15.5	Mössbauerova spektrometrie	309
15.5.1	Princip metody	309
15.5.2	Inštrumentácia	311
15.5.3	Základy metodiky a techniky merania	312
15.5.4	Analytické možnosti	313
15.5.5	Aplikácie	314