

Spis treści

CZĘŚĆ I. WSTĘP

Rozdział 1. Zagadnienia ogólne	14
1.1. Ogólna charakterystyka analizy instrumentalnej	14
1.2. Porównanie metod klasycznych i instrumentalnych	15
1.3. Zarys rozwoju instrumentalnych metod analizy chemicznej	17
1.4. Podział instrumentalnych metod analizy chemicznej	18
1.4.1. Metody optyczne	20
1.4.2. Metody spektroskopowe	21
1.4.3. Metody elektroanalityczne	23
1.4.4. Metody rozdzielcze	25
1.4.5. Metody radiometryczne	26
1.5. Literatura książkowa	27

CZĘŚĆ II. METODY OPTYCZNE

Rozdział 2. Refraktometria	30
2.1. Podstawy teoretyczne	30
2.2. Aparatura w refraktometrii	36
2.3. Zastosowanie refraktometrii	39
Rozdział 3. Polarymetria	40
3.1. Podstawy teoretyczne	40
3.1.1. Polaryzacja światła	40
3.1.2. Czynność optyczna substancji	43
3.1.3. Skręcalność właściwa	44
3.2. Aparatura polarymetryczna	46
3.3. Zastosowanie polarymetrii	47
Rozdział 4. Nefelometria i turbidymetria	49
4.1. Podstawy teoretyczne	49
4.2. Aparatura w pomiarach nefelometrycznych i turbidymetrycznych	52
4.3. Zastosowanie nefelometrii i turbidymetrii	54

CZĘŚĆ III. METODY SPEKTROSKOPOWE

Rozdział 5. Spektroskopia cząsteczkowa	56
5.1. Wiadomości ogólne	56
5.1.1. Natura promieniowania elektromagnetycznego	56
5.1.2. Cechy promieniowania i jego widmo	57
5.1.3. Sposoby gromadzenia energii przez cząsteczki	59
5.1.4. Aparatura, proces absorpcji, miara absorpcji	62
5.2. Widma rotacyjne	65
5.3. Widma oscylacyjne	66
5.4. Podstawy spektroskopii oscylacyjnej — w podczerwieni IR	67
5.4.1. Rodzaje drgań	70
5.4.2. Rejestracja widma IR — spektrofotometri IR	73
5.4.2.1. Źródła promieniowania	73
5.4.2.2. Detektory	73
5.4.2.3. Rejestratory, komputery	74
5.4.3. Metodyka badań	74
5.4.4. Zastosowanie spektroskopii w podczerwieni. Przykłady interpretacji widm	76
5.5. Spektroskopia w ultrafiolecie i w świetle widzialnym (UV-VIS)	83
5.5.1. Pojęcia podstawowe. Rodzaje przejść elektronowych	83
5.5.2. Prawa absorpcji	88
5.5.3. Przyczyny odchyłeń od praw absorpcji	90
5.5.4. Aparatura w spektrofotometrii UV-VIS	92
5.5.5. Analiza ilościowa	95
5.5.5.1. Dobór warunków oznaczania	95
5.5.5.2. Metoda krzywej kalibracyjnej	97
5.5.5.3. Oznaczanie stężenia składników w mieszaninach	99
5.5.5.4. Czułość oznaczeń spektrofotometrycznych	101
5.5.5.5. Zastosowanie spektrofotometrii UV-VIS do identyfikacji substancji organicznych	102
5.6. Spektrometria fluorescencyjna cząsteczkowa	104
5.6.1. Fluorymetria i spektrofluorymetria	107
5.6.1.1. Aparatura fluorymetryczna	109
Rozdział 6. Spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR)	111
6.1. Podstawy teoretyczne NMR	111
6.2. Rejestracja widma NMR	114
6.3. Ekranowanie jądra i przesunięcie chemiczne	116
6.4. Sprzężenie spinowo-spinowe. Interpretacja widma	119
6.5. Jądrowy rezonans magnetyczny innych jąder	123
6.6. Spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego węgla ^{13}C NMR	124
Rozdział 7. Spektrometria masowa	127
7.1. Zasada powstawania widma masowego	127
7.2. Aparatura i warunki pomiaru widma masowego	130
7.3. Metody jonizacji próbki	132
7.3.1. Jonizacja wiązką elektronów (EI)	132
7.3.2. Jonizacja chemiczna (CI)	133
7.3.3. Spektrometria masowa jonów wtórnych	134
7.4. Ogólne zasady fragmentacji	134
7.5. Interpretacja widma masowego	136

Rozdział 8. Spektroskopia atomowa	139
8.1. Podstawy teoretyczne	139
8.2. Metody absorpcyjne	141
8.2.1. Atomowa spektrometria absorpcyjna (AAS)	142
8.2.1.1. Aparatura do atomowej spektrometrii absorpcyjnej	145
8.2.1.1.1. Źródła promieniowania	146
8.2.1.1.2. Atomizery i układ wprowadzania próbek	149
8.2.1.1.3. Monochromator	155
8.2.1.1.4. Detektor i wzmacniacz	155
8.2.1.1.5. Rejestратор	155
8.2.1.2. Interferencje	156
8.2.1.3. Metodyka pomiarów	158
8.2.1.4. Zastosowanie atomowej spektrometrii absorpcyjnej	159
8.2.2. Absorpcja rentgenowska	159
8.3. Metody emisyjne	161
8.3.1. Widma emisyjne atomów	162
8.3.2. Fotometria płomieniowa	165
8.3.2.1. Aparatura do fotometrii płomieniowej	165
8.3.2.2. Zastosowanie fotometrii płomieniowej	167
8.3.3. Spektrografia emisyjna	168
8.3.4. Spektrometria emisyjna	170
8.3.5. Fluorescencja rentgenowska	174
8.3.6. Fluorescencja atomowa	175

CZĘŚĆ IV. METODY ELEKTROANALITYCZNE

Rozdział 9. Potencjometria	178
9.1. Podstawy teoretyczne	178
9.2. Elektrody	184
9.2.1. Elektrody pierwszego rodzaju	185
9.2.2. Elektrody drugiego rodzaju	186
9.2.3. Elektrody trzeciego rodzaju	190
9.2.4. Elektrody redoks	191
9.2.5. Inne elektrody	191
9.2.6. Elektrody jonoselektywne	192
9.2.6.1. Elektrody szklane	193
9.2.6.2. Elektrody membranowe krystaliczne	199
9.2.6.2.1. Elektrody homogeniczne	199
9.2.6.2.2. Elektrody krystaliczne heterogeniczne	203
9.2.6.3. Elektrody z ciekłym wymiennikiem jonowym	204
9.2.6.4. Elektrody jonoselektywne uczulane	208
9.3. Ogniwa elektrochemiczne	210
9.3.1. Typy ogniw elektrochemicznych	210
9.3.2. Klucz elektrolityczny	213
9.4. Aparatura potencjometryczna	214
9.5. Potencjometria bezpośrednia	215
9.5.1. Pehametria	215
9.5.2. Inne bezpośrednie zastosowania potencjometrii	223
9.6. Miareczkowanie potencjometryczne	227
9.6.1. Metody wykonania miareczkowań potencjometrycznych	232
9.6.1.1. Miareczkowanie klasyczne	233
9.6.1.2. Miareczkowanie do punktu zerowego	233

9.6.1.3.	Miareczkowanie różnicowe	233
9.6.1.4.	Miareczkowanie z dwumetalicznym układem elektrod	235
9.6.1.5.	Miareczkowanie potencjometryczne z kontrolowanym prądem	236
9.6.2.	Metody wyznaczania PK miareczkowania potencjometrycznego	237
9.6.3.	Automatyzacja miareczkowania potencjometrycznego	240
9.7.	Przykłady oznaczeń metodami potencjometrycznymi	242
9.8.	Dokładność i precyzja oznaczeń potencjometrycznych	248
Rozdział 10.	Elektroliza i kulometria	250
10.1.	Elektroliza	250
10.1.1.	Podstawy teoretyczne	250
10.1.1.1.	Prawa elektrolizy	251
10.1.1.2.	Polaryzacja i nadnapiecie, napiecie rozkladowe	252
10.1.2.	Rozdzielanie elektrolityczne	255
10.1.3.	Elektrogravimetria	257
10.1.3.1.	Elektrogravimetria klasyczna	257
10.1.3.2.	Elektrogravimetria z kontrolowanym potencjałem	258
10.1.3.3.	Elektrogravimetria wewnętrzna	262
10.1.3.4.	Przykłady oznaczeń elektrogravimetrycznych	263
10.2.	Kulometria	264
10.2.1.	Podstawy teoretyczne	264
10.2.2.	Aparatura kulometryczna	265
10.2.3.	Kulometria potencjostatyczna	268
10.2.4.	Kulometria amperostatyczna	269
10.2.5.	Miareczkowanie kulometryczne	270
10.2.6.	Przykłady oznaczeń kulometrycznych	271
10.2.6.1.	Kulometria potencjostatyczna	271
10.3.	Elektrografia	274
10.4.	Dokładność i precyzja metod elektrogravimetrycznych i kulomet- rycznych	275
Rozdział 11.	Polarografia	277
11.1.	Podstawy teoretyczne	277
11.2.	Podział metod polarograficznych	278
11.2.1.	Polarografia stałoprądowa	278
11.2.1.1.	Schemat ideowy aparatury	282
11.2.1.2.	Kropłowa elektroda rtęciowa (KER)	283
11.2.1.3.	Elektrolit podstawowy	285
11.2.1.4.	Prąd dyfuzyjny i inne prądy polarograficzne	287
11.2.1.5.	Fala polarograficzna i jej interpretacja	288
11.2.1.5.1.	Pochodne krzywej polarograficznej	290
11.2.1.6.	Równanie Ilkoviča	291
11.2.1.7.	Maksima na fali polarograficznej	292
11.2.1.8.	Redukcja tlenu na KER	293
11.2.1.9.	Polarograficzna analiza jakościowa	294
11.2.1.10.	Analiza ilościowa	299
11.2.1.11.	Polarografia związków organicznych	300
11.2.2.	Polarografia zmiennoprądowa	304
11.2.2.1.	Polarografia zmiennoprądowa sinusoidalna	304
11.2.3.	Polarografia zmiennoprądowa prostokątna	305
11.2.4.	Polarografia pulsowa	306
11.2.5.	Oscylopolarografia	308
11.2.6.	Ocena technik polarograficznych	310

11.3.	Woltamperometria	310
11.3.1.	Woltamperometria z liniowo zmieniającym się potencjałem	313
11.3.2.	Woltamperometria cykliczna	314
11.3.3.	Woltamperometria inwersyjna (odwrócona)	315
11.3.3.1.	Znaczenie analityczne woltamperometrii inwersyjnej	318

Rozdział 12. Miareczkowanie amperometryczne 320

12.1.	Podstawy teoretyczne	320
12.1.1.	Wirująca elektroda platynowa (mikroelektroda platynowa)	320
12.2.	Miareczkowanie z jedną elektrodą spolaryzowaną	321
12.2.1.	Krzywe miareczkowania i przykłady oznaczeń	321
12.3.	Miareczkowanie z dwiema elektrodami spolaryzowanymi („do martwego punktu”)	323
12.3.1.	Krzywe miareczkowania i przykłady oznaczeń	324
12.4.	Aparatura i zastosowanie miareczkowania amperometrycznego	326

Rozdział 13. Konduktometria 328

13.1.	Podstawy teoretyczne	328
13.2.	Przewodność właściwa i molowa	329
13.2.1.	Pomiar przewodności	333
13.3.	Konduktometria bezpośrednia	334
13.4.	Miareczkowanie konduktometryczne	336
13.4.1.	Miareczkowanie kwas—zasada, mieszanina kwasów (zasad)	336
13.4.2.	Miareczkowanie wytrąceniowe	339
13.5.	Konduktometria bezkontaktowa (bezelektrodowa)	340
13.6.	Oscylometria	342
13.6.1.	Miareczkowanie oscylometryczne	343
13.7.	Zastosowanie konduktometrii	345

CZĘŚĆ V. METODY ROZDZIELCZE

Rozdział 14. Chromatografia 348

14.1.	Zarys historyczny i podstawy teoretyczne chromatografii	348
14.1.1.	Definicja chromatografii	349
14.1.2.	Parametry chromatograficzne	350
14.1.3.	Sprawność i selektywność	353
14.1.4.	Podstawowe mechanizmy retencji	355
14.1.4.1.	Podziałowy mechanizm retencji	356
14.1.4.2.	Adsorpcyjny mechanizm retencji	357
14.1.4.3.	Jonowymienny mechanizm retencji	358
14.1.4.4.	Żelowo-permeacyjny mechanizm retencji	359
14.1.4.5.	Inne mechanizmy retencji	360
14.1.5.	Klasyfikacja metod chromatograficznych	360
14.2.	Chromatografia gazowa (GC)	361
14.2.1.	Definicja i charakter chromatografii gazowej	361
14.2.2.	Opis chromatogramu w chromatografii gazowej	362
14.2.3.	Chromatograf gazowy	367
14.2.3.1.	Gaz nośny	368
14.2.3.2.	Dozowanie i dozowniki	369
14.2.3.3.	Kolumny chromatograficzne	372
14.2.3.3.1.	Kolumny kapilarne	373
14.2.3.3.2.	Zastosowanie kolumn pakowanych i kapilarnych	378
14.2.3.4.	Detektory w chromatografii gazowej	382

14.2.3.4.1.	Typy detektorów	382
14.2.3.5.	Przetwarzanie sygnału detektora	389
14.2.4.	Identyfikacja pików	391
14.2.5.	Analiza ilościowa	391
14.2.6.	Chromatografia fluidalna	397
14.3.	Chromatografia cieczowa	399
14.3.1.	Aparatura do wysokosprawnej chromatografii cieczowej kolumnowej	400
14.3.2.	Rozpuszczalniki	403
14.3.2.1.	Właściwości fizyczne rozpuszczalników	403
14.3.2.2.	Oddziaływania międzycząsteczkowe: faza ruchoma-próbka; polarność i siła elucyjna	405
14.3.2.3.	Klasyfikacja rozpuszczalników	407
14.3.3.	Adsorbenty	408
14.3.3.1.	Właściwości fizyczne i podział adsorbentów	408
14.3.3.2.	Adsorbenty stosowane w wysokosprawnej chromatografii cieczowej	409
14.3.4.	Model adsorpcji. Zależność retencji od składu eluentu	414
14.3.5.	Chromatografia związków o zróżnicowanej polarności. Elucja gradientowa	415
14.3.6.	Chromatografia związków zjonizowanych	415
14.3.6.1.	Metoda cofnięcia dysocjacji	417
14.3.6.2.	Chromatografia par jonowych (IPC)	417
14.3.6.3.	Chromatografia jonowymienna (IEC)	419
14.3.7.	Rozdzielanie związków chiralnych	420
14.3.8.	Analiza ilościowa	421
14.3.9.	Analiza jakościowa	422
14.3.10.	Przykłady zastosowań chromatografii HPLC w analizie farmaceutycznej i klinicznej	423
14.4.	Chromatografia cienkowarstwowa	426
14.4.1.	Parametry wpływające na rozdzielczość w chromatografii TLC	428
14.4.2.	Adsorbenty stosowane w TLC	435
14.4.3.	Ogólny problem elucji	438
14.4.3.1.	Elucja gradientowa	439
14.4.4.	Gradient fazy stacjonarnej	440
14.4.5.	Komory i przyrządy do chromatografii TLC	441
14.4.5.1.	Komory objętościowe	441
14.4.5.2.	Komory poziome DS	441
14.4.5.3.	Komory do ciśnieniowej chromatografii cienkowarstwowej	443
14.4.5.4.	Przyrządy do PMD i AMD	443
14.4.6.	Rozwijanie chromatogramów i wizualizacja plamek	444
14.4.6.1.	Wizualizacja plamek	445
14.4.7.	Zastosowanie chromatografii TLC	446
14.4.7.1.	Analiza jakościowa	446
14.4.7.2.	Analiza ilościowa	446
14.4.7.2.1.	Densytometria	447
Rozdział 15.	Ekstrakcja	450
15.1.	Podstawy teoretyczne ekstrakcji w układzie ciecz-ciecz	450
15.1.1.	Ekstrakcja jonów metali — układy ekstrakcyjne	453
15.1.1.1.	Ekstrakcja kompleksów chelatowych	454
15.1.1.2.	Ekstrakcja kompleksów jonowo-asocjacyjnych (par jonowych)	457
15.1.2.	Zastosowanie ekstrakcji ciecz-ciecz w analizie nieorganicznej	460
15.1.2.1.	Przykłady ekstrakcji jonów metali	463

15.1.3.	Ekstrakcja ciecz–ciecz związków organicznych	465
15.1.4.	Rozpuszczalniki ekstrakcyjne	467
15.1.5.	Techniki ekstrakcji ciecz–ciecz	469
15.2.	Inne rodzaje ekstrakcji	471
15.2.1.	Ekstrakcja w układzie ciało stałe–ciecz	472
15.2.2.	Ekstrakcja w układzie ciecz–ciało stałe (ekstrakcja do fazy stałej) — SPE	473
Rozdział 16.	Elektroforeza	475
16.1.	Podstawy teoretyczne	475
16.2.	Podział metod elektroforetycznych	481
16.2.1.	Elektroforeza swobodna	481
16.2.2.	Elektroforeza w nośnikach	482
16.2.2.1.	Nośniki i ich charakterystyka	483
16.2.2.2.	Elektroforeza na bibule	484
16.2.2.3.	Elektroforeza na żelach	487
16.2.2.4.	Elektroogniskowanie (izoelektryczne ogniskowanie)	493
16.2.3.	Przykłady zastosowania elektroforezy w analityce medycznej	495
16.3.	Przygotowanie próbek do elektroforezy	497
16.4.	Elektroforeza kapilarna	498
16.4.1.	Charakterystyka ogólna metody	498
16.4.2.	Aparat do elektroforezy kapilarnej	500
16.4.3.	Dozowanie próbek	501
16.4.4.	Techniki elektroforetyczne i ich charakterystyka	503
16.4.5.	Zalety elektroforezy kapilarnej	506
Rozdział 17.	Wiadomości uzupełniające	509
17.1.	Kryteria doboru metody analitycznej	509
17.2.	Metody oznaczania makro- oraz mikroilości niektórych jonów	516
17.3.	Komputery w laboratorium analitycznym	525
17.3.1.	Wiadomości podstawowe	525
17.3.2.	Sprzężenie komputerów z przyrządami pomiarowymi	526
17.3.3.	Sposoby skonfigurowania aparatów analitycznych i komputerów	528
17.3.4.	Systemy ekspertowe	530
17.3.5.	Warunki stosowania komputerów w laboratoriach analitycznych	531
17.4.	Automatyzacja w laboratorium analitycznym	532
17.4.1.	Cele automatyzacji	533
Rozdział 18.	Obliczenia w analizie instrumentalnej	535
18.1.	Metody optyczne i spektroskopowe	535
18.2.	Metody elektroanalityczne	545
18.3.	Metody rozdzielcze	550
Skorowidz		562