

SPIS TREŚCI

Przedmowa.....	11
Instrukcja BHP obowiązująca w pracowni chemii analitycznej.....	12
1. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO ANALIZY – <i>Elżbieta Święcicka-Füchsel</i>.....	13
1.1. Pobieranie próbek	14
1.2. Rozkład próbek	17
1.3. Metody rozdzielania i zagęszczania	21
1.3.1. Metody ekstrakcyjne	21
1.3.2. Metody chromatograficzne.....	24
1.3.3. Metody strąceniowe	26
1.3.4. Metody lotnościowe	27
1.4. Inne sposoby przygotowania próbek	28
2. ALKACYMETRIA – <i>Maria Balcerzak</i>.....	30
2.1. Wyznaczanie przebiegu krzywej miareczkowania kwas – zasada	33
2.2. Wyznaczanie punktu końcowego (PK) reakcji kwas – zasada.....	36
2.3. Ćwiczenia.....	39
2.3.1. Przygotowanie mianowanego kwasu chlorowodorowego	39
2.3.2. Przygotowanie mianowanego roztworu wodorotlenku sodu	40
2.3.3. Alkalimetryczne oznaczanie kwasu octowego.....	41
2.3.4. Oznaczanie zawartości substancji kwasowych w mleku	42
2.3.5. Oznaczanie stężenia K_2SO_4 w roztworze z wykorzystaniem silnie kwasowego kationitu w postaci wodorowej	43
2.4. Zadanie rachunkowe.....	44
3. KOMPLEKSOMETRIA – <i>Norbert Obarski</i>	46
3.1. Kompleksy	46
3.1.1. Trwałość kompleksów.....	49
3.1.2. Kinetyka tworzenia kompleksów	50
3.2. Kwas etylenodiaminotetraoctowy (EDTA) – właściwości analityczne.....	50
3.2.1. Właściwości kompleksów metali z EDTA.....	51
3.2.2. Wpływ środowiska na tworzenie kompleksów z EDTA.....	53
3.2.3. Kinetyka tworzenia kompleksów z EDTA.....	54
3.3. Miareczkowanie kompleksometryczne za pomocą EDTA	55
3.4. Wskaźniki kompleksometryczne – metalowskaźniki	58
3.5. Ćwiczenia.....	62
3.5.1. Kompleksometryczne oznaczanie Fe i Al	62
3.5.2. Kompleksometryczne oznaczanie Mg i Ca w popiele pominalizacyjnym z roślin ..	65
3.5.3. Pośrednie kompleksometryczne oznaczanie kwasu askorbowego w owocach cytrusowych	67

3.5.4.	Kompleksometryczne oznaczanie cynku w preparatach farmaceutycznych	69
3.5.5.	Kompleksometryczne oznaczanie twardości całkowitej wody	71
3.6.	Zadanie rachunkowe	73
4.	REDOKSOMETRIA – <i>Stanisław Kuś</i>	75
4.1.	Reakcje redoks	75
4.2.	Potencjał redoks	76
4.3.	Wpływ środowiska na reakcje redoks	80
4.4.	Krzywe miareczkowania redoks	83
4.5.	Wskaźniki redoks	85
4.6.	Metody redoksometryczne	85
4.7.	Utlenianie substancji organicznych	87
4.8.	Ćwiczenia	87
4.8.1.	Oznaczanie cukrów prostych metodą Luffa-Schoorla	87
4.8.2.	Oznaczanie chemicznego zapotrzebowania tlenu metodą manganianu(VII)	90
4.8.3.	Oznaczanie kwasu mrówkowego lub szczawowego w obecności kwasu cytrynowego	93
4.8.4.	Oznaczanie aldehydu mrówkowego lub acetonu metodą jodometryczną	95
4.8.5.	Jodanometryczne oznaczanie kwasu askorbowego w preparacie handlowym witaminy C	97
4.9.	Zadanie rachunkowe	98
5.	ANALIZA STRĄCENIOWA – <i>Michał Chudy</i>	100
5.1.	Metoda Mohra oznaczania chlorków	100
5.2.	Metoda Volharda oznaczania chlorków	102
5.3.	Adsorpcyjne wskaźniki miareczkowania strąceniowego	103
5.4.	Ćwiczenia	104
5.4.1.	Oznaczanie zawartości jonów chlorkowych w wodzie z Wisły i wodzie wodociągowej metodą Mohra	104
5.4.2.	Oznaczanie zawartości jonów chlorkowych w soli leczniczej metodą Volharda	104
5.5.	Zadanie rachunkowe	105
6.	ANALIZA WAGOWA – <i>Krzysztof Jankowski</i>	107
6.1.	Podstawy teoretyczne metody	108
6.2.	Charakterystyka osadów w analizie wagowej	109
6.3.	Wykonanie oznaczenia metodą wagową	110
6.4.	Ćwiczenia	112
6.4.1.	Oznaczanie potasu w penicylinie po strąceniu w postaci tetrafenylboranu potasu	112
6.4.2.	Oznaczanie zawartości fosforanów w nawozie i pożywce dla roślin	115
6.4.3.	Oznaczanie zawartości niklu w roztworze po bioługowaniu rudy niklu	116
6.4.4.	Oznaczanie zawartości lipidów w spirulinie metodą ekstrakcyjno-wagową	118
6.5.	Zadanie rachunkowe	119
7.	SPEKTROFOTOMETRIA – <i>Krzysztof Jankowski, Elżbieta Świącicka-Füchsel</i>	121
7.1.	Prawa absorpcji	122
7.2.	Aparatura do spektrofotometrii UV–VIS	123
7.3.	Analiza ilościowa technikami spektrofotometrycznymi	124
7.4.	Charakterystyka metod spektrofotometrycznych	125
7.5.	Wykorzystanie komputerowej obróbki widm absorpcji jako metody zwiększenia selektywności oznaczeń spektrofotometrycznych	126

7.6.	Zastosowanie spektrofotometrii w biotechnologii	128
7.7.	Ćwiczenia.....	129
7.7.1.	Wyznaczanie parametrów technologicznych i użytkowych oleju palmowego.....	129
7.7.2.	Wyznaczanie parametrów jakościowych i ilościowych piwa	131
7.7.3.	Oznaczanie kwasu octowego za pomocą czerwieni fenolowej.....	134
7.7.4.	Oznaczanie etanolu w mieszaninach fermentacyjnych.....	135
7.7.5.	Oznaczanie śladowych ilości żelaza w produktach biotechnologicznych	137
7.7.6.	Jednoczesne oznaczanie fenyloalaniny i tyrozyny.....	138
7.7.7.	Analiza biopaliw	139
8.	SPEKTROFLUORYMETRIA – Ilona Grabowska-Jadach	142
8.1.	Sposoby dostarczania energii powodującej wzbudzenie cząsteczek.....	143
8.2.	Wydajność kwantowa fluorescencji.....	143
8.3.	Przesunięcie Stokesa.....	144
8.4.	Różnica między fluorescencją a fosforescencją.....	145
8.5.	Intensywność fluorescencji i czynniki powodujące jej wygaszanie	145
8.6.	Związki wykazujące fluorescencję	146
8.7.	Aparatura pomiarowa	147
8.8.	Analiza ilościowa.....	148
8.9.	Zastosowanie fluorescencji	149
8.10.	Ćwiczenia.....	149
8.10.1.	Oznaczanie chininy w toniku spożywczym	149
9.	ABSORPCYJNA ATOMOWA SPEKTROMETRIA – Barbara Różańska	151
9.1.	Wiadomości podstawowe	151
9.1.1.	Absorpcja i emisja promieniowania elektromagnetycznego.....	151
9.1.2.	Spektralny profil linii widma atomowego.....	152
9.1.3.	Pomiar absorpcji.....	153
9.1.4.	Wybór linii.....	155
9.2.	Aparatura	156
9.2.1.	Schemat budowy spektrometru AAS	156
9.2.2.	Źródło promieniowania	157
9.2.3.	Atomizery	158
9.2.4.	Monochromator.....	163
9.2.5.	Detektor i wzmacniacz.....	165
9.2.6.	Odczyt sygnału.....	165
9.2.7.	Instrumentalna korekcja tła.....	166
9.3.	Analiza techniką AAS.....	170
9.3.1.	Wzorcowanie.....	170
9.3.2.	Interferencje i sposoby ich eliminacji	171
9.4.	Analityczna charakterystyka techniki AAS	178
9.5.	Zastosowania techniki AAS.....	181
9.6.	Ćwiczenia.....	181
9.6.1.	Oznaczanie wapnia i magnezu w wodzie pitnej.....	181
9.6.2.	Oznaczanie manganu w roztworze kwasu cytrynowego zanieczyszczonym chlorkiem sodu	184
10.	OPTYCZNA SPEKTROMETRIA EMISYJNA – Krzysztof Jankowski	187
10.1.	Techniki plazmowe w optycznej spektrometrii emisyjnej.....	187
10.2.	Metodyka analizy ilościowej w optycznej spektrometrii emisyjnej.....	192

10.3. Zastosowanie analityczne techniki OES w biotechnologii.....	195
10.4. Ćwiczenia.....	196
10.4.1. Analiza składu pierwiastkowego wybranych materiałów rzeczywistych (rudy, biomasa, nawozy, ścieki itp.) na podstawie widma emisyjnego	196
10.4.2. Jakościowa ocena skuteczności oczyszczania ścieków na podstawie zmiany intensywności linii emisyjnych wybranych pierwiastków.....	197
10.4.3. Oznaczanie metali ciężkich w mieszaninie fermentacyjnej z biosyntezy kwasu cytrynowego	198
10.4.4. Oznaczanie metali ciężkich w ściekach	200
10.4.5. Oznaczanie wybranych pierwiastków w ekstrakcie drożdżowym.....	200
11. SPEKTROMETRIA MAS – Maria Balcerzak, Elżbieta Skrzydlewska	202
11.1. Źródła jonów	204
11.2. Analizatory mas	207
11.3. Detektory mas	211
11.4. Zastosowania techniki spektrometrii mas.....	212
11.5. Technika indukcyjnie sprzężonej plazmy ze spektrometrią mas	214
11.5.1. Ekstrakcja jonów z obszaru plazmy do analizatora MAS	215
11.5.2. Doprowadzanie próbek do plazmy	217
11.5.3. Wpywy przeszkadzające (interferencje)	219
11.5.4. Zastosowania techniki ICP-MS	222
12. MIKROSKOPIA SEM – Ilona Grabowska-Jadach	223
12.1. Podział metod mikroskopowych i spektroskopowych.....	223
12.2. Różnica między SEM a TEM	224
12.3. Budowa i zasada działania skaningowego mikroskopu elektronowego.....	224
12.4. Zastosowanie skaningowej mikroskopii elektronowej.....	228
12.5. Ćwiczenia.....	228
12.5.1. Obrazowanie mikrostruktur z wykorzystaniem SEM	228
13. POTENCJOMETRIA – Wojciech Wróblewski, Mariusz Pietrzak.....	231
13.1. Pomiar siły elektromotorycznej ogniwa	232
13.2. Elektrody potencjometryczne	233
13.2.1. Elektrody o elektronowym mechanizmie działania	233
13.2.2. Elektrody jonoselektywne – sensory potencjometryczne	235
13.2.3. Miniaturyzacja sensorów potencjometrycznych	241
13.3. Mierniki siły elektromotorycznej ogniwa.....	245
13.4. Metody potencjometryczne.....	245
13.4.1. Potencjometria bezpośrednia.....	246
13.4.2. Miareczkowanie potencjometryczne.....	249
13.5. Zastosowania technik potencjometrycznych w technologii chemicznej i biotechnologii.....	252
13.6. Ćwiczenia.....	254
13.6.1. Wyznaczanie pH badanej próbki za pomocą elektrody szklanej	254
13.6.2. Oznaczanie stężenia jonu za pomocą elektrody jonoselektywnej.....	255
13.6.3. Konstrukcja i charakterystyka sensorów potencjometrycznych.....	257
13.6.4. Oznaczanie kwasu chlorowodorowego i octowego w mieszaninie metodą alkacymetrycznego miareczkowania potencjometrycznego.....	259
13.6.5. Oznaczanie chlorków, bromków i jodków w mieszaninie metodą strąceniowego miareczkowania potencjometrycznego.....	260
13.6.6. Oznaczanie chlorków w próbce wody wodociągowej.....	261

14. KONDUKTOMETRIA – Michał Chudy	263
14.1. Informacje podstawowe.....	263
14.2. Przewodnictwo elektrolityczne.....	264
14.3. Pomiar przewodnictwa	267
14.4. Zastosowania konduktometrii w analizie	269
14.5. Ćwiczenia.....	273
14.5.1. Oznaczanie kwasu mocnego i słabego w mieszaninie metodą miareczkowania konduktometrycznego	273
14.5.2. Oznaczanie chlorków w wodzie metodą konduktometrycznego miareczkowa- nia argentometrycznego	273
14.5.3. Oznaczanie jonów niklu metodą konduktometrycznego miareczkowania kompleksometrycznego.....	274
14.5.4. Konduktometryczna ocena czystości wody za pomocą pomiaru przewodnic- stwa właściwego	274
15. WOLTAMPEROMETRIA – Łukasz Górski, Robert Ziółkowski, Iwona Ufnalska	277
15.1. Woltamperometria liniowa (LSV) i cykliczna (CV).....	278
15.2. Techniki pulsowe	281
15.3. Techniki inwersyjne	282
15.4. Ćwiczenia.....	284
15.4.1. Wpływ parametrów prowadzenia pomiaru na wysokość piku prądu	285
15.4.2. Oznaczanie śladowych ilości metali ciężkich w wodzie wodociągowej	286
16. TECHNIKI CHROMATOGRAFICZNE – Norbert Obarski	288
16.1. Pojęcia wspólne dla wszystkich technik chromatograficznych	288
16.1.1. Zasady rozdzielania substancji technikami chromatograficznymi.....	289
16.1.2. Podział technik chromatograficznych	290
16.1.3. Podstawowe wielkości stosowane w chromatografii	291
16.1.4. Kształt piku - przyczyny rozmycia pasma	294
16.1.5. Zasady analizy jakościowej.....	295
16.1.6. Metody analizy ilościowej	296
16.1.7. Przygotowanie próbki do chromatografii.....	299
16.1.8. Zastosowania chromatografii	300
16.2. Wysokosprawną chromatografię cieczową (HPLC).....	301
16.2.1. Aparatura do HPLC.....	302
16.2.2. Ćwiczenia – <i>Magdalena Matczuk</i>	318
16.3. Chromatografia gazowa (GC).....	320
16.3.1. Aparatura stosowana w chromatografii gazowej	321
16.3.2. Kolumny i fazy nieruchome.....	321
16.3.3. Faza ruchoma	322
16.3.4. Dozowanie próbki	322
16.3.5. Piec	323
16.3.6. Analit i jego derywatywacja.....	324
16.3.7. Detektory.....	324
16.3.8. Ćwiczenia – <i>Magdalena Matczuk</i>	326
17. ELEKTROFOREZA – Iwona Gluch-Dela	329
17.1. Zasada rozdzielania substancji technikami elektroforetycznymi	329
17.2. Techniki rozdzielania elektroforetycznego	332
17.3. Aparatura	334

17.4. Wykonanie oznaczenia techniką elektroforezy.....	337
17.5. Zastosowania technik elektroforetycznych.....	341
17.6. Ćwiczenia.....	342
17.6.1. Identyfikacja syntetycznych barwników spożywczych techniką poziomej planarnej elektroforezy żelowej	342
17.6.2. Identyfikacja białek w ekstraktach z łubinu wąskolistnego techniką pionowej planarnej elektroforezy żelowej	344
17.6.3. Identyfikacja i oznaczanie konserwantów w napojach techniką strefowej elektroforezy kapilarnej	346
17.6.4. Identyfikacja i oznaczanie aminokwasów w odżywcze dla sportowców techniką strefowej elektroforezy kapilarnej	348
17.6.5. Oznaczanie metali ciężkich techniką CZE z pośrednią detekcją spektrofotometryczną	349
17.6.6. Analiza mieszaniny krezoli techniką micelarnej elektrokinetycznej chromatografii kapilarnej (MEKC)	351
18. ANALIZA ELEMENTARNA ZWIĄZKÓW ORGANICZNYCH	
– <i>Elżbieta Święcicka-Füchsel</i>	353
18.1. Oznaczanie węgla, wodoru, azotu oraz siarki w związkach organicznych z wykorzystaniem analizatorów elementarnych.....	354
18.2. Oznaczanie chloru, bromu i siarki metodami miareczkowymi	357
18.3. Zastosowanie analizy elementarnej	358
18.4. Ćwiczenia.....	358
18.4.1. Oznaczanie CHNS za pomocą analizatora elementarnego	358
18.4.2. Oznaczanie chloru lub bromu metodą miareczkową	359
18.4.3. Oznaczanie siarki metodą miareczkową	360