

# SPIS TREŚCI

Przedmowa .....	9
I. CHEMICZNE METODY CHARAKTERYZACJI MATERIAŁÓW ( <i>Stanisław Kuś</i> ) .....	11
1. Metody wydzielenia i zagęszczania .....	11
1.1. Metody rozdzielania wykorzystujące różnice w lotności substancji .....	11
1.2. Ekstrakcja jako metoda rozdzielania i zagęszczania .....	12
1.2.1. Wykrywanie mikrogramowych ilości miedzi wobec miligramowych ilości żelaza(III) .....	18
1.2.2. Wykrywanie mikrogramowych ilości miedzi i manganu w technicznym chlorku żelaza(III) .....	18
1.2.3. Oznaczanie niewielkich ilości niklu w obecności dużych ilości żelaza(III) .....	19
1.3. Oddzielanie matrycy i zagęszczanie śladów podczas strącania z nośnikiem .....	20
1.3.1. Wydzielenie śladowych ilości żelaza z nośnikiem lantanowym .....	20
1.4. Strąceniowe rozdzielanie makroskładników .....	21
1.4.1. Odczynniki grupowe, odczynniki selektywne .....	22
1.4.2. Strącanie wodorotlenków, rola buforów pH .....	23
1.4.3. Strącanie siarczków, rola pH .....	23
1.4.4. Wpływ stopnia utlenienia jonów na selektywność reakcji strącania osadów .....	24
1.5. Elektrogravimetria .....	26
1.6. Klasyczna analiza jakościowa wybranych jonów .....	30
1.6.1. Odczynniki nieorganiczne w analizie jakościowej .....	30
1.6.2. Wykorzystanie jonitów w analizie jakościowej .....	31
2. Przygotowanie próbek .....	33
2.1. Pobieranie próbek .....	33
2.2. Roztwarzanie próbek .....	33
3. Parametry metody analitycznej .....	40
3.1. Wyznaczanie przedziału ufności .....	42
3.2. Eliminacja błędów grubych .....	42
4. Analiza materiałów złożonych .....	44
II. METODY INSTRUMENTALNE W CHARAKTERYZACJI MATERIAŁÓW ( <i>Krzysztof Jankowski</i> ) .....	48
5. Wybrane techniki instrumentalne analizy wieloskładnikowej materiałów .....	48
5.1. Emisyjna spektrometria atomowa ( <i>Stanisław Kuś</i> ) .....	48

5.1.1. Przygotowanie próbek do optycznej spektrometrii atomowej przez usuwanie matrycy	60
5.1.2. Oznaczanie śladowych ilości metali ciężkich w wodach gruntowych	61
5.2. Chromatografia jonowa ( <i>Maria Balcerzak</i> )	62
5.2.1. Wymieniacze jonowe	65
5.2.2. Eluenty	67
5.2.3. Supresory	68
5.2.4. Detektory	69
5.2.5. Oznaczanie nieorganicznych anionów w wodach przeznaczonych do spożycia techniką chromatografii jonowej z supresją i detekcją konduktometryczną	70
5.3. Analiza elementarna C, S, Cl ( <i>Elżbieta Święcicka-Füchsel</i> )	72
5.3.1. Oznaczanie węgla, wodoru, azotu oraz siarki z wykorzystaniem analizatorów elementarnych	73
5.3.2. Oznaczanie węgla, wodoru, azotu oraz siarki w związkach organicznych	76
5.3.3. Oznaczanie chloru lub bromu oraz siarki metodami klasycznymi	77
5.4. Techniki sprzężone – wysokosprawną chromatografią cieczową z detekcją spektrometrii mas z jonizacją poprzez elektrorozpraszanie ( <i>Katarzyna Lech, Damian Dąbrowski, Joanna Legat</i> )	80
5.4.1. Wysokosprawną chromatografią cieczową z detekcją spektrofotometryczną UV-Vis	80
5.4.2. Spektrometria mas	81
5.4.2.1. Jonizacja poprzez elektrorozpraszanie (ESI)	82
5.4.2.2. Analizatory mas	83
5.4.2.3. Fragmentacja wywołana zderzeniami (CID)	84
5.4.3. Charakterystyka antocyanin za pomocą HPLC-UV-Vis-ESI MS	85
6. Techniki charakteryzacji nanomateriałów	88
6.1. Spektrofotometria UV-Vis ( <i>Krzysztof Jankowski</i> )	88
6.1.1. Wprowadzenie	88
6.1.2. Zastosowanie spektrofotometrii do charakteryzacji nanocząstek metali	89
6.1.3. Zastosowanie spektrofotometrii do charakteryzacji nanocząstek materiałów półprzewodnikowych	91
6.1.4. Charakterystyka nanocząstek złota metodą spektrofotometryczną	92
6.1.5. Charakterystyka nanocząstek srebra metodą spektrofotometryczną	94
6.1.6. Zastosowanie nanocząstek złota i srebra do spektrofotometrycznego oznaczania śladowych ilości metali przejściowych	96
6.1.7. Wyznaczanie wartości przerwy energetycznej dla nanocząstek materiału półprzewodnikowego	96
6.2. Charakteryzacja nanostruktur półprzewodnikowych z użyciem technik optycznych i elektroforetycznych ( <i>Sławomir Oszwałdowski</i> )	97
6.2.1. Migracja obiektów makroskopowych o wymiarach nano/mikrometrycznych	97
6.2.2. Elektroforeza żelowa w charakteryzacji nanoobektów	99
6.2.3. Wyznaczanie rozmiaru hydrodynamicznego obiektu i charakteryzacja żelu	100
6.2.4. Wyznaczanie rozmiaru rdzenia nanokryształów półprzewodnikowych	101
6.2.5. Wyznaczanie rozmiaru rdzenia nanokryształów CdX za pomocą spektrofotometrii UV-Vis	103
6.2.6. Kontrola modyfikacji powierzchni nanokryształów CdX	104
6.2.7. Wyznaczanie potencjału $\zeta$ obiektu na podstawie zależności $\log_{10}\mu = \log_{10}\mu_0 - K \cdot c_{zel}$	105
6.2.8. Wyznaczanie rozmiaru hydrodynamicznego modyfikowanej nanostruktury ( $r_{obekt}$ )	106

6.3. Mikroskopia elektronowa ( <i>K. Tokarska, I. Grabowska-Jadach</i> )	106
6.3.1. Wstęp	106
6.3.2. Oddziaływanie elektronów z materią	107
6.3.3. Budowa i zasada działania skaningowego mikroskopu elektronowego	110
6.3.4. Zastosowanie skaningowej mikroskopii elektronowej	111
6.3.5. Wykonanie obrazowania mikrostruktury za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej	111
6.4. Fluorymetria ( <i>Agnieszka Żuchowska, Ilona Grabowska-Jadach</i> )	113
6.4.1. Luminescencja	113
6.4.2. Fotoluminescencja	113
6.4.3. Fluorescencja	115
6.4.3.1. Gaszenie fluorescencji	116
6.4.3.2. Aparatura	116
6.4.4. Analiza fluorymetryczna wybranych kropek kwantowych	117
7. Badanie tożsamości produktów farmaceutycznych ( <i>Norbert Obarski</i> )	119
7.1. Spektrofotometryczne potwierdzenie tożsamości	120
7.1.1. Wpływ rozpuszczalnika na przebieg (kształt) widm absorpcji	123
7.1.2. Metody porównywania danych spektrofotometrycznych	124
7.1.3. Charakterystyka spektrofotometryczna wybranych grup substancji leczniczych	126
7.2. Reakcje chemiczne substancji leczniczych	128
7.2.1. Barwne reakcje chemiczne stosowane do potwierdzania tożsamości	128
7.3. Przykłady badania tożsamości leków	130
7.3.1. Potwierdzenie tożsamości substancji leczniczej w leku na podstawie widm absorpcji	130
7.3.2. Potwierdzenie tożsamości substancji leczniczej na podstawie stosunku absorpcji	131
7.3.3. Potwierdzenie tożsamości za pomocą reakcji barwnych	132
7.3.4. Potwierdzenie tożsamości składników leku złożonego	132
7.3.5. Ocena spektrofotometryczna czystości leku	134
7.3.6. Potwierdzenie tożsamości substancji za pomocą odcisku palca	134
III. OBLICZENIA CHEMICZNE W ANALIZIE MATERIAŁÓW ( <i>Norbert Obarski</i> )	136
8. Przykłady zadań z rozwiązaniami	136
8.1. Rozcieńczanie i mieszanie roztworów	136
8.2. Metody objętościowe	138
8.3. Analiza instrumentalna	142
IV. DODATEK	149
Zakres tematów obowiązujący w laboratorium charakteryzacji materiałów	149
Regulamin pracowni	150