

Obsah

	Předmluva	9
	Úvod	11
I	Povaha organické stopové analýzy	13
1.1	Definice	13
1.1.1	Stopa	13
1.1.2	Organická sloučenina	14
1.2	Hodnocení organické stopové analýzy	15
1.2.1	Statistický přehled	15
1.2.2	Důležitost, význam	16
1.3	Problémy organické stopové analýzy	16
1.3.1	Velký počet sloučenin	17
1.3.2	Potřeba molekulově specifických metod	19
1.3.3	Vzájemná podobnost organických sloučenin	20
1.3.4	Nestálost organických stopových složek	20
1.3.5	Pátrání po organických stopách, jejichž chemická identita není známa	21
1.3.6	Kontrola znečištění	23
1.4	Cíl organické stopové analýzy	23
1.4.1	Posouzení výsledků analýz	23
1.4.2	Analytická funkce	24
1.4.3	Citlivost	25
1.4.4	Druhy chyb	25
1.4.5	Odhad rozptýlení výsledků	28
1.4.6	Směrodatná odchylka	30
1.4.7	Interval spolehlivosti, přípustné meze	32
1.4.8	Testy významnosti	35
1.4.9	Mez důkazu a stanovitelnosti	37
1.4.10	Korelace a regrese	41
1.4.11	Analýza rozptylu	45
1.5	Použití teorie chyb a matematickoteoretických základů stopové analýzy	46
1.6	Výsledky organické stopové analýzy	47
1.7	Metody kontroly výsledků	49
1.7.1	Použití syntetických vzorků	49
1.7.2	Přidavek vnitřního standardu	50
1.7.3	Systematická kontrola celého děličního postupu	54
1.7.4	Standardní vzorky a základní roztoky	54
1.7.5	Kontrola kvality	58
1.8	Správná laboratorní praxe	58
1.8.1	Stav zavádění SLP v některých státech	60
1.8.2	Definice, terminologie	60
1.8.3	Substance	61
1.8.4	Činidla a roztoky	62
1.8.5	Organizace a personál	62
1.8.6	Zajištění kvality	62
1.8.7	Místnosti a zařízení	63
1.8.8	Chemikálie	65
1.8.9	Pracovní návody	66
1.8.10	Zkušební plán	66

1.8.11	Provedení studie a zaznamenání výsledku	72
1.8.12	Závěrečná zpráva	74
1.8.13	Archivace a její lhůty	76
1.8.14	Bezpečnost práce v laboratoři	76
1.8.15	Odstraňování zbytků	78
1.9	Literatura	78
2	Odběr vzorku při organické stopové analýze	83
2.1	Odběr vzorku s určitými maticemi	84
2.1.1	Odběr vzorku vzduchu	84
2.1.2	Odběr vzorku vody	89
2.1.3	Odběr vzorků v klinické chemii	92
2.1.4	Analýza "head space"	93
2.2	Literatura	95
3	Úprava vzorku před analýzou	99
3.1	Přechovávání vzorku	99
3.2	Vliv nečistot	101
3.3	Úprava vzorku pro analýzu	105
3.4	Literatura	107
4	Dělicí metody a způsoby obohacení	110
4.1	Odpařování rozpouštědel a technika destilace	111
4.1.1	Odpařování rozpouštědel z roztoků	111
4.1.2	Sušení vzorku před odpařováním	114
4.1.3	Kodestilace	114
4.1.4	„Sweep“-kodestilace	115
4.1.5	Sublimace	115
4.2	Extrakce z kapaliny do kapaliny	116
4.2.1	Tvorba emulzí	117
4.2.2	Přístroje a technika	117
4.2.3	Automatizace extrakce z kapaliny do kapaliny	121
4.2.4	Vícenásobná extrakce z kapaliny do kapaliny	122
4.2.5	Technika Extrelut®	122
4.3	Chromatografické dělení	122
4.3.1	Chromatografie v soustavě kapalina–tuhá látka	122
4.3.2	Základy metody	124
4.3.3	Sorbenty	124
4.3.4	Plnění chromatografických kolon	125
4.3.5	Dávkování analyzovaného vzorku	125
4.3.6	Analýza eluátu z kolony	126
4.3.7	Kombinace kolon	126
4.3.8	Problémy chromatografie	126
4.3.9	Papírová chromatografie	127
4.3.10	Gelová chromatografie	127
4.3.11	Vysokoúčinná kapalinová chromatografie (HPLC)	127
4.3.12	Chromatografie na tenké vrstvě	129
4.3.13	Vysokoúčinná chromatografie na tenké vrstvě	130
4.3.14	Měníčová chromatografie	130
4.3.15	Základy použití různých typů chromatografie	131
4.3.16	Plynová chromatografie	132

4.4	Extrakce stopových složek z tuhých látek	142
4.5	Pásmové tavení	143
4.6	Srážení a spolusrážení	143
4.7	Membránová dělení	143
4.8	Diasolýza	144
4.9	Bublinové techniky	144
4.10	Elektroforéza, izotachoforéza	145
4.11	Plazmová chromatografie	146
4.12	Radiochemické metody pro kontrolu účinnosti dělicích operací	146
4.13	Zpracování vzorku, jímž se ovlivní separační vlastnosti	147
4.13.1	Kontinuální a diskontinuální derivatizační způsoby	147
4.13.2	Použití derivatizace	149
4.14	Převádění vzorku	156
4.15	Literatura	157
5	Metody stanovení nebo důkazu sloučenin	168
5.1	Spektroskopické metody	169
5.2	Spektroskopie v ultrafialové a viditelné oblasti	170
5.3	Infračervená absorpční spektroskopie	171
5.3.1	Vývoj a zlepšení infračervených přístrojů	171
5.3.2	Příprava vzorku	173
5.3.3	Infračervená reflexní spektroskopie s mikrozrcátkem	173
5.3.4	Vliv teploty při stopové infračervené spektroskopii	174
5.3.5	Matricová izolační spektroskopie	175
5.3.6	Spřažení plynové chromatografie s infračervenou spektroskopií	176
5.3.7	Kombinace plynové chromatografie a infračervené spektroskopie s odděleným detekčním systémem	178
5.3.8	Kombinace infračervené spektroskopie s kapalinovou chromatografií	179
5.3.9	Použití infračervených postupů	180
5.3.10	Přednosti infračervených stopových metod ve srovnání s jinými postupy	181
5.4	Ramanova spektroskopie	182
5.5	Fluorimetrie a fosforimetrie	183
5.6	Optoakustická spektroskopie	184
5.7	Hmotnostní spektrometrie (MS)	184
5.7.1	Principy	186
5.7.2	Ionizace nárazem elektronů	186
5.7.3	Chemická ionizace	186
5.7.4	Ionizace polem	186
5.7.5	Desorpce polem	187
5.7.6	Ionizace při atmosférickém tlaku	188
5.7.7	Jiné budící způsoby	188
5.7.8	Dělení iontů	189
5.7.9	Registrace oddělených iontů	189
5.7.10	Modernizace metod	190
5.7.11	Kombinace s jinými metodami	191
5.7.12	Analýza vod a odpadních vod	193
5.7.13	Analýza organických stopových složek ve vzduchu, prachu a tabákovém kouři	195
5.7.14	Použití v biologických vědách	195
5.7.15	Použití v kriminalistice a soudním lékařství	196
5.7.16	Použití ve farmaceutické stopové analýze	197
5.7.17	Použití v analýze potravin	198

5.7.18	Jiná použití plynové chromatografie spřažené s hmotnostní spektrometrií	198
5.7.19	Perspektivy hmotnostní spektrometrie	199
5.8	Detektory pro chromatografické systémy	200
5.8.1	Detektory pro kapalinovou chromatografii	200
5.8.2	Detektorové systémy pro plynovou chromatografii	201
5.9	Elektrochemické metody	206
5.9.1	Potenciometrické postupy	206
5.9.2	Coulometrie	207
5.9.3	Voltametrie	208
5.9.4	Přístroje	212
5.10	Chemické metody důkazu nebo stanovení	214
5.11	Enzymatické reakce	215
5.12	Imunologické reakce	215
5.13	Vazba proteinů	219
5.14	Biologické metody	219
5.15	Literatura	221
6	Zvláštní témata a speciální úkoly	235
6.1	Použití počítačů	235
6.2	Stanovení stopových složek v matricích bez dělení	238
6.3	Metody k zlepšení dokazatelnosti	241
6.4	Zvýšení specifčnosti metod	246
6.5	Uplatnění systematických testovacích ("screening") metod	249
6.6	Lokální analýza a analýza povrchů	251
6.7	Stopová analýza na velké vzdálenosti	251
6.8	Použití stopové analýzy k poznání onemocnění	254
6.9	Literatura	255
	Dodatek	262
	Rejstřík	304