

ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI

WYKŁAD 1



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Źródła informacji:

- wykład
- sieć:
<http://galaxy.uci.agh.edu.pl/~kca/>
- literatura uzupełniająca do poszczególnych tematów.



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



PLAN WYKŁADÓW

I. ANALITYKA

1. Metody analityczne w kontroli jakości
2. Analiza śladów
3. Analityka procesowa
4. Analiza specyacyjna
5. Analiza ciała stałego

II. KONTROLA JAKOŚCI

1. Rola kontroli jakości w systemach zarządzania
2. Kontrola statystyczna
3. Karty kontrolne i reguły Westgarda



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



III. JAKOŚĆ W ANALITYCE

1. Systemy zapewnienia jakości w laboratorium analitycznym
2. Dobra praktyka laboratoryjna
3. Bezpieczeństwo i polityka środowiskowa w laboratorium analitycznym
4. Parametry jakościowe wyniku analitycznego (niepewność i spójność pomiarowa)
5. Kryteria doboru procedury analitycznej



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Opisy efektów kształcenia dla modułu

Kod EKM	Student, który zaliczył moduł wie/umie/potrafi	Powiązania z EKK	Sposób weryfikacji efektów kształcenia (forma zaliczeń)
Wiedza			
M_W001	Ma poszerzoną wiedzę o nowoczesnych metodach analitycznych stosowanych w kontroli jakości	TC2A_W09, TC2A_W10	Egzamin
M_W002	Ma pogłębioną wiedzę o systemach kontroli jakości stosowanych w laboratoriach i przedsiębiorstwach	TC2A_W09, TC2A_W16	Egzamin, Prezentacja
Umiejętności			
M_U001	Umie dobrać właściwą metodę i proces analityczny do rozwiązania konkretnego problemu z zakresu kontroli jakości.	TC2A_U06, TC2A_U08	Egzamin, Prezentacja, Udział w dyskusji
M_U002	Potrafi zaplanować elementy systemu zarządzania jakością opartego na GLP	TC2A_U06	Prezentacja, Udział w dyskusji
Kompetencje społeczne			
M_K001	Rozumie potrzebę zapewnienia jakości zarówno w laboratorium analitycznym jak i w zakładzie produkcyjnym	TC2A_K01, TC2A_K03	Aktywność na zajęciach, Udział w dyskusji



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Karta modułu - Analityka w kontroli jakości

Nakład pracy studenta (bilans punktów ECTS)

Forma aktywności studenta	Obciążenie studenta
Przygotowanie do egzaminu	30 godz
Godziny kontaktowe z nauczycielem	60 godz
Przygotowanie do zajęć seminaryjnych	15 godz
Przygotowanie wystąpienia/prezentacji	25 godz
Sumaryczne obciążenie pracą studenta	130 godz
Punkty ECTS za moduł	5 ECTS


Wymagania wstępne i dodatkowe

Obecność na wykładach jest obowiązkowa



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI





Warunki zaliczenia:

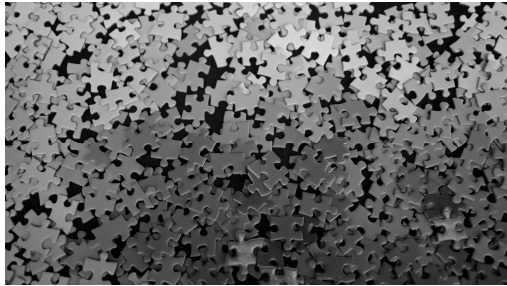
Seminarium + Wykład + Egzamin

Ocena końcowa:
 $OK = 0,48 E + 0,48 S + 0,04 W$
 W – wykład (obecność)

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Cel wykładów:

Wiedza w umyśle STUDENTA:



AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Cel wykładów - konsolidacja wiedzy objętej przedmiotem!

Wiedza STUDENTA po cyklu wykładów (dobry student):



AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Cel wykładów - konsolidacja wiedzy objętej przedmiotem!

Wiedza objęta przedmiotem po cyklu wykładów ("leser"):



AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Literatura:

1. Encyclopedia of Analytical Science
2. J.Łunarski, "Systemy jakości, normalizacji i certyfikacji wyrobów" OWPRz Rzeszów 2001
3. J.J.Dahlgaard, K.Kristensen, G.K.Kanji, "Podstawy zarządzania jakością" PWN Warszawa 2002
5. W.W.Kubiak, J.Golaś (red.), „Instrumentalne metody analizy chemicznej” Akapit Kraków 2005
6. A.Hulanicki, Współczesna chemia analityczna – wybrane zagadnienia, PWN Warszawa 2001
7. E.Bulsa, Metrologia chemiczna, MALAMUT 2008
8. Kabata-Pendias, B.Szetke, Problemy jakości analizy śladowej w badaniach środowiska przyrodniczego, Wyd.Edukacyjne, Warszawa 1998
9. H.Gunzler, Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry, Springer, Heidelberg 1996

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

ANALITYKA

(ANALYTICAL SCIENCE)

Interdyscyplinarna nauka zajmująca się tworzeniem i praktycznym wykorzystaniem metod pozwalających na określenie ze znaną precyzją i dokładnością składu chemicznego układów materialnych.

wynikanalizy = $x_{sr} \pm \varepsilon$ [jednostka]

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Przedmiotem analityki jest:

- informacja o rodzaju i ilości składników włącznie z ich przestrzennym uporządkowaniem i rozmieszczeniem a także zmianami w czasie;
- metodyka niezbędna do uzyskania informacji o składzie.

Wynikiem badań analitycznych jest **informacja** uzyskiwana poprzez materialne lub energetyczne oddziaływanie na badany obiekt.

Wynikiem rzetelnej analizy chemicznej jest informacja o **ilości oznaczonego składnika oraz o oszacowanym błędzie** tego oznaczenia. Najczęściej wynik podawany jest w postaci:

$$x_{SP} \pm \varepsilon [\text{jednostka}]$$

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

UZYSKIWANA INFORMACJA DOTYCZY:

SKŁADU (*analitka składu*) – ustalenie składu próbki tj. jakie substancje i w jakiej ilości występują w próbce.

WYNIKI ANALIZY STOPU Al-Mg (PRÓBKA 21/96-A)

Al 94.1 ± 0.25 %
Mg 4.53 ± 0.04 %

Cr 1100 ppm Fe 2300 ppm
Mn 1700 ppm Si 3000 ppm
Zn 1800 ppm O 1600 ppm
± 80 – 150 ppm

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

PROCESU (*analitka procesowa*) – określenie zmiany zawartości poszczególnych składników próbki w czasie (śledzenie przebiegu zjawisk i procesów).

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

ROZMIESZCZENIA (*analitka rozmieszczenia*) – określa jakie jest rozmieszczenie przestrzenne w skali makro poszczególnych składników próbki.

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

STRUKTURY (*analitka strukturalna*) – określa jakie jest rozmieszczenie przestrzenne w skali atomowej poszczególnych składników próbki (ustalenie budowy cząsteczki, ciała stałego, cieczy).

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

PROCES ANALITYCZNY

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Postępowanie analityczne:
 etapy: badany obiekt do wyniku analizy.

Metoda analityczna:
 etapy: od przygotowania próbki do interpretacji wyniku.

Zasada pomiaru:
 Etap: pomiar

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

OBIEKT BADANY

PRÓBKA



AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

PRÓBKA POMNIEJSZONA I
 HOMOGENICZNA

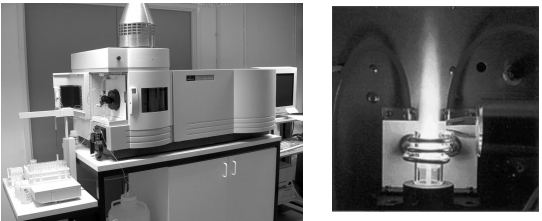
PRÓBKA ROZTWORZONA
 OBIEKT POMIARU



AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

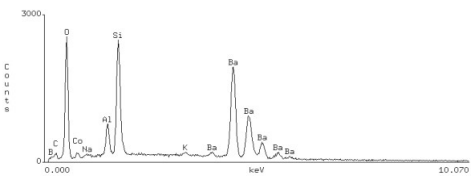
POMIAR

SYGNAŁ



AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

SYGNAŁ
 ZAREJESTROWANY



AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

WYNIK ANALIZY

Co₂O₃ – 2.4±0.2%;
 Al₂O₃ – 24.4±0.8%;
 SiO₂ – 54.5±1.5%;
 BaO – 4.6±0.4%

AGH W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

DOBÓR METODY ANALITYCZNEJ DO PROBLEMU



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Współczesna analityka dysponuje ogromną liczbą metod pomiarowych. Pojawia się pytanie:

Jak wybrać najlepszą/przydatną metodę do rozwiązania postawionego zadania analitycznego?

Pierwsze pytanie: jakiej informacji poszukujemy?

- o składzie chemicznym
- o strukturze / teksturze materiału
- o strukturze cząsteczki lub jej grupach funkcyjnych
- o właściwościach chemicznych i/lub fizycznych



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Skład chemiczny

Takiej informacji dostarczają dwa pierwsze zakresy analityki:

Analityka składu

Analityka procesowa

Oraz częściowo Analityka rozmieszczenia (w skali makro)

Metody:

Metody wagowe i miareczkowe – składniki główne i domieszki (w nielicznych przypadkach ślady ale w górnej granicy analizy śladów)

Metody elektrochemiczne – głównie woltamperometria i potencjometria – składniki domieszkowe i śladowe. Kulometria i elektroważymetria także składniki główne.

Metody optyczne (spektroskopowe) – składniki domieszkowe i śladowe

W przypadku analityki procesowej i rozmieszczenia istnieją dodatkowe wymagania dla stosowanych metod.



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI

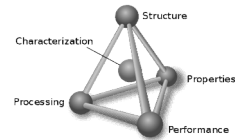


Struktura / tekstura / skład fazowy materiału

Struktura chemiczna odnosi się do geometrii cząsteczki i struktury elektronowej.

Struktura krystaliczna dotyczy rozmieszczenia atomów lub cząsteczek w ciałach krystalicznych (stałych lub ciekłych).

W inżynierii materiałowej **tekstura** jest rozkładem orientacji krystalograficznych w próbce polikrystalicznej



Tetrahedron inżynierii materiałowej



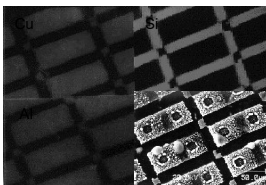
W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Struktura / tekstura materiałów

Taką informację zapewniają metody:

- stosowane w **analizie rozmieszczenia** w skali mikro i nano
- stosowanych do analizy fazowej

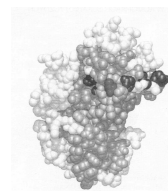


W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI

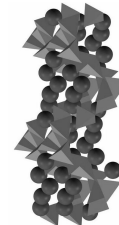


Struktura cząsteczki / grupy funkcyjne

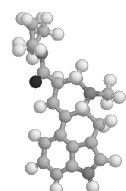
Taką informację można uzyskać stosując metody **analizy strukturalnej**



enzym ludzkiej kinazy



alamozyt



LSD



W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Właściwości fizyczne, chemiczne i fizykochemiczne

Większość instrumentów analitycznych jest przydatna do pomiaru właściwości próbki (określenia różnych parametrów, wyznaczenia funkcji termodynamicznych itp.).

Np. metodami potencjometrycznymi można zmierzyć SEM ogniwa, wyznaczyć potencjał termodynamiczny, aktywność i współczynniki aktywności itp.



W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Wśród niezliczonej liczby instrumentów pomiarowych wykorzystywanych przez analityków jest taki, bez którego analityka by nie istniała!

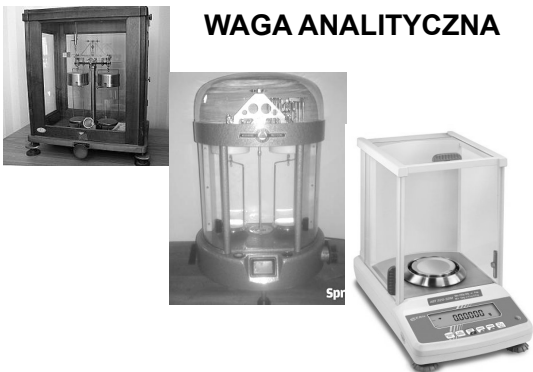
Jest nim:



W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



WAGA ANALITYCZNA



W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Po co nam waga jeżeli mamy metody instrumentalne?



W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



Bez wagi:

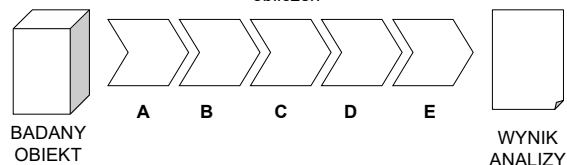
- Nie będziemy wiedzieć jaka jest wielkość próbki
- Nie przygotujemy wzorca
- Nie skalibrujemy metody



W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI



OD BADANEGO OBIEKTU DO WYNIKU ANALIZY - informacja do obliczeń




- A - próbka
- B - obiekt pomiaru (próbka analityczna)
- C - pomiar (czy sygnał uzyskujemy z całej próbki lub **znanej** jej części)
- D - kalibracja
- E - niepewność



W.W.KUBIAK - ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI




Stan skupienia próbki analitycznej (obiektu pomiaru) i jego wpływ na dokładność:




GAZ – trudna do określenia wielkość próbki (masa lub objętość), możliwe straty. Zwykle stosuje się metody izolacyjne (zamknięcie porcji gazu pod określonym ciśnieniem w hermetycznym zbiorniku) lub integracyjne (absorpcja gazu w ciekłych lub stałych absorberach). Gazy są homogeniczne do poziomu cząsteczkowego.

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

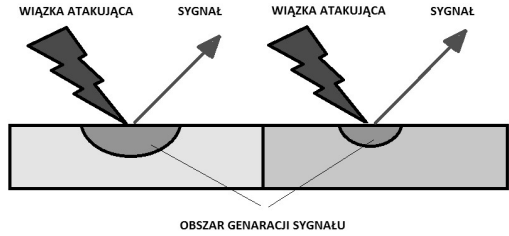


CIECZ / ROZTWÓR CIEKŁY – precyzyjne określenie wielkości próbki (zarówno masa jak i objętość). Nieskomplikowany, szybki, dokładny i precyzyjny pomiar objętości. Ciecze i roztwory rzeczywiste są homogeniczne do poziomu cząsteczkowego.

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic



CIAŁO STAŁE – łatwy dokładny i precyzyjny pomiar masy, trudny dokładny pomiar objętości. Ciała stałe są homogeniczne tylko do poziomu rozdrobnienia (proszki) lub krystalitów (ciała lite). Homogeniczność ciał stałych amorficznych jest złudna. W przypadku stałych obiektów pomiaru nie jest znana masa/objętość ciała z której pochodzi sygnał analityczny.

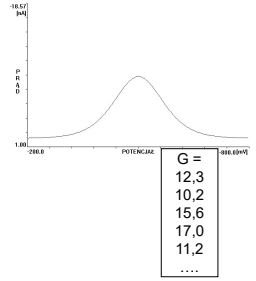


WIĄZKA ATAKUJĄCA SYGNAŁ WIĄZKA ATAKUJĄCA SYGNAŁ

OBSZAR GENERACJI SYGNAŁU

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Jak na podstawie pomiaru wielkości fizycznej lub fizykochemicznej określić skład chemiczny próbki?



WYNIK ANALIZY
np.
Zawartość Pb w próbce wynosi 23,5 ± 0,2 mg
lub
stężenie Pb w próbce wynosi: 0,052 ± 0,003 %

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Pierwszy sposób (metody definitywne)

Mierzona wielkość związana jest **ściśle** zależnością z informacją analityczną

Ścisłe zależności:

Pomiary masy i stechiometria (analiza wagowa, grawimetria, elektrogawimetria)

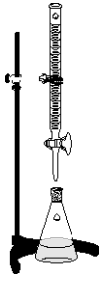
$$Pb^{2+} + S^{2-} = PbS$$

Pomiar objętości i stechiometria (miareczkowanie)

Pomiary ładunku i prawa Faradaja

$$m = q \frac{M}{nF}$$

Prawa rozpadu promieniotwórczego (metoda aktywacji neutronowej)



AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Drugi sposób (metody kalibracyjne):

Mierzona wielkość związana jest z informacją analityczną zależnością znaną w przybliżeniu

Zależność funkcyjna typu:

Sygnał = f(stężenie)

jest wyprowadzona teoretycznie przy zastosowaniu wielu założeń upraszczających, **nie pozwalających** na ich analityczne użycie lub wielkości stałych stosowanych w tych zależnościach są znane tylko w przybliżeniu.

Np. równania Ilkovic, Nicholskiego, Cottrela, Nernsta, Lamberta-Beera itd.

ROZWIĄZANIE

Wyznaczenie zależności empirycznej – funkcji pomiarowej

Sygnał = f(stężenie) lub Sygnał = f(zawartość)

W procesie **KALIBRACJI** metody

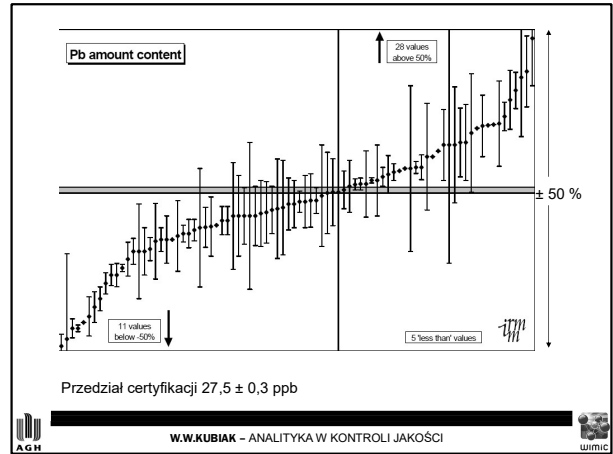
AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Międzylaboratoryjne porównanie oznaczenie ołowiu w winie



[Butska, Slesin 2004]

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic



DLACZEGO TAK SIĘ DZIEJE?

- Niski poziom świadomości analitycznej i podstaw procesów analitycznych (podstaw chemicznych, fizykochemicznych i teorii metod i technik analitycznych).
- Traktowanie sprzętu analitycznego jako „czarnej skrzynki”!


RZETELNA INFORMACJA ANALITYCZNA

$$\text{wynik analizy} = x_{sr} \pm \varepsilon$$

Składa się z wyznaczonej możliwie jak najdokładniej wartości x_{sr} oraz rzetelnie oszacowanej niepewności z jaką wartość x_{sr} została wyznaczona

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

Wg. Śp. Prof. Jacka Namieśnika



W laboratoriach wykonujących analizy pokutuje falszywy pogląd:

- Mam doskonały sprzęt – to znaczy jestem znakomitym analitykiem i rozwiążę każdy problem.

!!! Operator i dysponent sprzętu analitycznego to nie jest jeszcze CHEMIK ANALITYK !!!

Konsekwencje:

- Tak mi wyszło
- „rewolucyjne” teorie
- Podawanie wyników bez oceny ich miarodajności

Ne sutor supra crepidam

AGH W.W.KUBIAK – ANALITYKA W KONTROLI JAKOŚCI wimic

