



**AGH** AGH UNIVERSITY OF SCIENCE  
AND TECHNOLOGY

Nazwa modułu zajęć: **Analityka w kontroli jakości**

Rok akademicki: **2019/2020**    Kod: **CTCH-2-132-s**    Punkty ECTS: **5**

Wydział: **Inżynierii Materiałowej i Ceramiki**

Kierunek: **Technologia Chemiczna**    Specjalność: **—**

Poziom studiów: **Studia II stopnia**    Forma studiów: **Stacjonarne**

Język wykładowy: **Polski**    Profil: **Ogólnoakademicki (A)**    Semestr: **1**

Strona www: **[http://galaxy.agh.edu.pl/~kca/analityka\\_w\\_kontroli.html](http://galaxy.agh.edu.pl/~kca/analityka_w_kontroli.html)**

Prowadzący moduł: **prof. dr hab. Kubiak Władysław (kubiak@agh.edu.pl)**

### **Treści programowe zapewniające uzyskanie efektów uczenia się dla modułu zajęć**

Analiza śladów- zasady oraz metody (ICP-MS, ICP-OES, aktywacja neutronowa, woltamperometria strippingowa). Analityka procesowa - zasady, metody FIA, CFA, SIA. Metody analizy specjacyjnej. Interferencje. Analiza ciała stałego - fluorescencja rentgenowska. Analiza powierzchni - spektroskopia elektronów Augera, EDS, SECM. Jakość w analityce: niepewność i spójność pomiarowa, walidacja. Analityka w kontroli jakości surowców i produktów. SKO, DOE. Ciągłe doskonalenie PDCA i Kaizen.

### **Opis efektów uczenia się dla modułu zajęć**

Kod MEU	Student, który zaliczył moduł zajęć zna i rozumie/potrafi/jest gotów do	Powiązania z KEU	Sposób weryfikacji i oceny efektów uczenia się osiągniętych przez studenta w ramach poszczególnych form zajęć i dla całego modułu zajęć
Wiedza: zna i rozumie			
M_W001	Ma poszerzoną wiedzę o nowoczesnych metodach analitycznych stosowanych w kontroli jakości	TCH2A_W02, TCH2A_W03	Egzamin
M_W002	Ma pogłębioną wiedzę o systemach kontroli jakości stosowanych w laboratoriach i przedsiębiorstwach	TCH2A_W02, TCH2A_W04	Egzamin, Prezentacja
Umiejętności: potrafi			
M_U001	Umie dobrać właściwą metodę i proces analityczny do rozwiązania konkretnego problemu z zakresu kontroli jakości.	TCH2A_U02, TCH2A_U04	Egzamin, Prezentacja, Udział w dyskusji
M_U002	Potrafi zaplanować elementy systemu zarządzania jakością opartego na GLP	TCH2A_U02	Prezentacja, Udział w dyskusji

Kompetencje społeczne: jest gotów do			
M_K001	Rozumie potrzebę zapewnienia jakości zarówno w laboratorium analitycznym jak i w zakładzie produkcyjnym	TCH2A_K01	Aktywność na zajęciach, Udział w dyskusji

### Liczba godzin zajęć w ramach poszczególnych form zajęć

Suma	Forma zajęć dydaktycznych										
	Wykład	Ćwiczenia audytoryjne	Ćwiczenia laboratoryjne	Ćwiczenia projektowe	Konwersatorium	Zajęcia seminaryjne	Zajęcia praktyczne	Zajęcia terenowe	Zajęcia warsztatowe	Prace kontrolne i przejściowe	Lektorat
60	30	0	0	0	0	30	0	0	0	0	0

### Matryca kierunkowych efektów uczenia się w odniesieniu do form zajęć i sposobu zaliczenia, które pozwalają na ich uzyskanie

Kod MEU	Student, który zaliczył moduł zajęć zna i rozumie/potrafi/jest gotów do	Forma zajęć dydaktycznych										
		Wykład	Ćwiczenia audytoryjne	Ćwiczenia laboratoryjne	Ćwiczenia projektowe	Konwersatorium	Zajęcia seminaryjne	Zajęcia praktyczne	Zajęcia terenowe	Zajęcia warsztatowe	Prace kontrolne i przejściowe	Lektorat
Wiedza: zna i rozumie												
M_W001	Ma poszerzoną wiedzę o nowoczesnych metodach analitycznych stosowanych w kontroli jakości	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
M_W002	Ma pogłębioną wiedzę o systemach kontroli jakości stosowanych w laboratoriach i przedsiębiorstwach	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Umiejętności: potrafi												
M_U001	Umie dobrać właściwą metodę i proces analityczny do rozwiązania konkretnego problemu z zakresu kontroli jakości.	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
M_U002	Potrafi zaplanować elementy systemu zarządzania jakością opartego na GLP	-	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Kompetencje społeczne: jest gotów do												
M_K001	Rozumie potrzebę zapewnienia jakości zarówno w laboratorium analitycznym jak i w zakładzie produkcyjnym	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-

**Nakład pracy studenta (bilans punktów ECTS)**

Forma aktywności studenta	Obciążenie studenta
Udział w zajęciach dydaktycznych/praktyka	60 godz
Przygotowanie do zajęć	15 godz
przygotowanie projektu, prezentacji, pracy pisemnej, sprawozdania	23 godz
Samodzielne studiowanie tematyki zajęć	30 godz
Egzamin lub kolokwium zaliczeniowe	2 godz
Dodatkowe godziny kontaktowe	5 godz
Sumaryczne obciążenie pracą studenta	135 godz
Punkty ECTS za moduł	5 ECTS

**Pozostałe informacje****Szczegółowe treści kształcenia w ramach poszczególnych form zajęć (szczegółowy program wykładów i pozostałych zajęć)****Wykład****I. ANALITYKA**

1. Metody analityczne w kontroli jakości (podział metod, wymagania, przegląd metod analitycznych, źródła błędów)
2. Analiza śladów (zakres i przebieg analizy, wymagania dla stosowanych metod)
  - metoda ICP-MS (podstawy fizykochemiczne, elementy aparatury, parametry metody, sposób przeprowadzenia oznaczenie, zakres zastosowań, zalety i ograniczenia);
  - metoda aktywacji neutronowej (podstawowe informacje o reakcjach jądrowych, procesy stanowiące podstawy metody, aparatura, parametry metody, sposób przeprowadzenia oznaczenie, zakres zastosowań, zalety i ograniczenia);
  - metoda ICP-OES (podstawy spektroskopii atomowej, termy atomowe, plazma i jej zastosowanie, aparatura, parametry metody, sposób przeprowadzenia oznaczenie, zakres zastosowań, zalety i ograniczenia);
  - metoda woltamperometrii strippingowej (podstawy fizykochemiczne, aparatura, parametry metody, sposób przeprowadzenia oznaczenie, zakres zastosowań, zalety i ograniczenia).
3. Analityka procesowa (zakres zastosowań, systemy przemysłowej analityki procesowej, wymagania dla stosowanych metod, analizatory automatyczne – geneza i podział, metoda FIA i SIA, kryteria merytoryczne i ekonomiczne automatyzacji).
4. Analiza ciała stałego (zakres zastosowań, analiza całej objętości ciała stałego, analiza powierzchni)
  - metoda fluorescencji rentgenowskiej (podstawy fizykochemiczne, aparatura, parametry metody, sposób przeprowadzenia oznaczenie, zakres zastosowań, zalety i ograniczenia).
  - ablacja laserowa (lasery, procesy ablacyjne, zakres zastosowań, metody sprzęgane z ablacją laserową, zalety i ograniczenia)
  - metody analizy powierzchni (zakres zastosowań, uzyskiwana informacja, metody: spektroskopia elektronów Augera, mikroanaliza rentgenowska, elektrochemiczna

mikroskopia skaningowa).

## II. KONTROLA JAKOŚCI

1. Rola kontroli jakości w systemach zarządzania

2. Kontrola statystyczna

3. Karty kontrolne i reguły Westgarda

## 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).

Budżet niepewności pomiarowej metody analitycznej.

5. Kryteria doboru procedury analitycznej

### Zajęcia seminaryjne

Zagadnienie jakości i sposobów jej zapewnienia w metodach analitycznych, gospodarce surowcowej i produkcji. Sformułowanie problemu analitycznego. Walidacja metod analitycznych. Metody kalibracji i zapewnienia środków do jej przeprowadzenia. Odpady niebezpieczne i gospodarka nimi. Zagadnienie selektywności metod analitycznych.. Systemy zapewnienia jakości. ISO 9001. GLP. Narzędzia kontroli jakości. Elementy dokumentacji systemów zapewnienia jakości.

### Metody i techniki kształcenia:

Wykład: Treści prezentowane na wykładzie są przekazywane w formie prezentacji multimedialnej w połączeniu z klasycznym wykładem tablicowym wzbogaconymi o pokazy odnoszące się do prezentowanych zagadnień.

Zajęcia seminaryjne: Na zajęciach seminaryjnych podstawą jest prezentacja multimedialna oraz ustna prowadzona przez studentów. Kolejnym ważnym elementem kształcenia są odpowiedzi na powstałe pytania, a także dyskusja studentów nad prezentowanymi treściami.

### Warunki i sposób zaliczenia poszczególnych form zajęć, w tym zasady zaliczeń poprawkowych, a także warunki dopuszczenia do egzaminu:

Seminarium: prezentacja z wybranego tematu (oceniana za treści merytoryczne, estetykę i fachowość przygotowania oraz za sposób prezentacji), aktywność i obecność na zajęciach.

Wykład: obecność i egzamin (termin "0" - ustny, termin podstawowy - pisemny)

### Zasady udziału w poszczególnych zajęciach, ze wskazaniem, czy obecność studenta na zajęciach jest obowiązkowa:

Wykład:

- Obecność obowiązkowa: Tak

- Zasady udziału w zajęciach: Studenci uczestniczą w zajęciach poznając kolejne treści nauczania zgodnie z sylabusem przedmiotu. Studenci winni na bieżąco zadawać pytania i wyjaśniać wątpliwości. Rejestracja audiowizualna wykładu wymaga zgody prowadzącego.

Zajęcia seminaryjne:

- Obecność obowiązkowa: Tak

- Zasady udziału w zajęciach: Studenci prezentują na forum grupy temat wskazany przez prowadzącego oraz uczestniczą w dyskusji nad tym tematem. Ocenie podlega zarówno wartość merytoryczna prezentacji, jak i tzw. kompetencje miękkie.

### Sposób obliczania oceny końcowej

Ocena końcowa = 0,45 ocena z seminarium + 0,5 ocena z egzaminu + 0,05 aktywność i obecność na zajęciach

## **Sposób i tryb wyrównywania zaległości powstałych wskutek nieobecności studenta na zajęciach:**

W przypadku notorycznej nieusprawiedliwionej nieobecności na seminariach i wykładach - brak zaliczenia.

W przypadku usprawiedliwionej nieobecności na większej niż 3 liczbie zajęć - dodatkowe kolokwium z zagadnień omawianych na opuszczonych zajęciach

## **Wymagania wstępne i dodatkowe, z uwzględnieniem sekwencyjności modułów**

Zaliczenie we wcześniejszej fazie studiów przedmiotów podstawowych z chemii, fizyki, matematyki, informatyki, chemii analitycznej i zarządzania jakością.

## **Zalecana literatura i pomoce naukowe**

1. Encyclopedia of Analytical Science.
2. A. Hulanicki, Współczesna chemia analityczna - wybrane zagadnienia, PWN Warszawa 2001.
3. W.Hyk, Z.Stojek, Analiza statystyczna w laboratorium analitycznym, Wydział Chemii UW, Warszawa 2006.
4. Kabata-Pendias, B. Szetke, Problemy jakości analizy śladowej w badaniach środowiska przyrodniczego, Wyd. Edukacyjne, Warszawa 1998.
5. H. Gunzler, Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry, Springer, Heidelberg 1996.
6. J.Gołaś, W.W.Kubiak (Edycja), "Instrumentalne metody analizy chemicznej" Akapit Kraków 2002
7. M.Trojanowicz, Automatyzacja w analizie chemicznej, WNT Warszawa 1992

## **Publikacje naukowe osób prowadzących zajęcia związane z tematyką modułu**

- W.W.Kubiak i M.Dudek, "Źródła kontaminacji próbki i ich eliminacja w oznaczeniach śladowych metali ciężkich metodą woltamperometrii inwersyjnej", Biuletyn Instytutu Leków 44/3-4(2000)550-562
- W.W.Kubiak, R-M.Latonen and A.Ivaska, "The Sequential Injection System With Adsorptive Stripping Voltammetric Detection", Talanta, 53(2001)1211-1219
- B.Baś, M.Jakubowska, Z.Kowalski i W.W.Kubiak, "Wykorzystanie analizatora elektrochemicznego EA9 do nauczania i badania korozji elektrochemicznej", Ochrona przed korozją, Wydanie specjalne 2002 - Proceedings KOROZJA 2002, p190-194
- W.W.Kubiak and E.Niewiara, "Influence of Electrolyte on Triton X-100 Adsorption on Fumed Silica", Electroanalysis 14/17(2002)1169,
- M.Jakubowska, R.Piech, T.Dzierwa, J.Wcisło and W.W.Kubiak, "The Evaluation Method of Smoothing Algorithms in Voltammetry", Electroanalysis, 15 (2003) 1729-1736
- R.Piech, B.Baś, E.Niewiara, W.W.Kubiak, "Renewable copper and silver amalgam film electrodes of prolonged application for the determination of elemental sulfur using stripping voltammetry" Electroanalysis 20(2008)809-815
- M.Jakubowska, E.Hull, R.Piech, W.W.Kubiak, "Selection of optimal smoothing algorithm for voltammetric curves", Chem.Anal(Warsaw) 53(2008)215-226
- R.Piech, B.Baś, W.W.Kubiak, "The cyclic renewable mercury film silver based electrode for determination of manganese(II) traces using anodic stripping voltammetry" Journal of Electroanalytical Chemistry 621(2008)43-48
- M.Jakubowska, B.Baś, W. W.Kubiak, "End-point detection in potentiometric titration by continuous wavelet transform", Talanta 79(2009)1398-1405
- Małgorzata JAKUBOWSKA, Bogusław BAŚ, Filip CIEPIELA, Władysław W. KUBIAK, „A calibration strategy for stripping voltammetry of lead on silver electrodes”, Electroanalysis 22(2010)1763-1764
- Bogusław BAŚ, Małgorzata JAKUBOWSKA, Filip CIEPIELA, Władysław W. KUBIAK, „New multipurpose electrochemical analyzer for scientific and routine tasks”, Instrumentation Science & Technology 38(2010)421-435
- Robert PIECH, Anna BUGAJNA, Sebastian Baś, Władysław W. KUBIAK, „Ultrasensitive determination of tungsten(VI) on pikomolar level in voltammetric catalytic adsorptive catechol-chlorate(V) system”, Journal of Electroanalytical Chemistry 644(2010) 74-79
- Łukasz GÓRSKI, Filip CIEPIELA, Małgorzata JAKUBOWSKA, Władysław W. KUBIAK, „Baseline correction in standard addition voltammetry by discrete wavelet transform and splinem” Electroanalysis 23(2011)2658-2667
- Łukasz GÓRSKI, Małgorzata JAKUBOWSKA, Bogusław BAŚ, Władysław W. KUBIAK, „Application of genetic algorithm for baseline optimization in standard addition voltammetry” Journal of Electroanalytical Chemistry 684(2012)38-46

Robert PIECH, Bogusław BAŚ, Władysław W. KUBIAK, Beata PACZOSA-BATOR, „Fast cathodic stripping voltammetric determination of elemental sulfur in petroleum fuels using renewable mercury film silver based electrode” *Fuel: the science and technology of fuel and energy* 97(2012)876-878

Bogusław BAŚ, Małgorzata JAKUBOWSKA, Witold RECZYŃSKI, Filip CIEPIELA, Władysław W. KUBIAK, „Rapidly renewable silver and gold annular band electrodes” *Electrochimica Acta* 73(2012)98-104

K. Pamin, M. Prończuk, S. Basąg, W. KUBIAK, Z. Sojka, J. Połtowicz, „A new hybrid porphyrin-heteropolyacid material : synthesis, characterization and investigation as catalyst in Baeyer-Villiger oxidation : synergistic effect”, *Inorganic Chemistry Communications*, 59(2015)13-16

Beata PACZOSA-BATOR, Leszek CABAJ, Magdalena PIĘK, Robert PIECH, Władysław W. KUBIAK, „Carbon-supported platinum nanoparticle solid-state ion selective electrodes for the determination of potassium”, *Analytical Letters* 48(2015)2773-2785

Francesco Bozza, Karolina Bator, Władysław W. Kubiak, Thomas Graule, „Effects of Ni doping on the sintering and electrical properties of BaZr<sub>0.8</sub>Y<sub>0.2</sub>O<sub>3-?</sub> proton conducting electrolytr prepared by Flame Spray Synthesis”, *J.Europ.Ceramic Society* 36(2016)101-107

Edyta Tabor, Jan Połtowicz, Katarzyna Pamin, Sylwia Basąg, Władysław Kubiak, “Influence of substituents in meso-aryl groups of iron  $\mu$ -oxo porphyrins on their catalytic activity in the oxidation of cycloalkanes”, *Polyhedron* 119(2016)342-349

Małgorzata Dziubaniuk, Jan Wyrwa, Mieczysław Rękas, Władysław Kubiak, „Własności elektryczne elektrolitu stałego Ba(Ce<sub>0,95</sub>Ti<sub>0,05</sub>)<sub>0,8</sub>Y<sub>0,2</sub>O<sub>3</sub>”, *Materiały Ceramiczne* 68(2016)140-144

GÓRSKI Łukasz , KUBIAK Władysław W., JAKUBOWSKA Małgorzata: “Independent components analysis of the overlapping voltammetric signals”, *Electroanalysis*, 28(2016) 1470-1477

### **Informacje dodatkowe**

Obecność na wykładach jest obowiązkowa