

# OBSAH

Předmluva . . . . .	11
1. ÚVOD . . . . .	13
1.1 Obecný postup při analýze . . . . .	14
1.2 Metody a pracovní metodika analytické chemie . . . . .	15
1.2.1 Rozdělení analytických metod . . . . .	15
1.2.2 Rozdělení analytické chemie podle velikosti zpracovávaného vzorku . . . . .	16
1.2.3 Kvalitativní chemická analýza . . . . .	16
1.2.4 Kvantitativní chemická analýza . . . . .	17
Vázková analýza 18 — Odměrná analýza 18 — Požadavky na chemické reakce při kvantitativní chemické analýze 19 — Srovnání metod kvantitativní chemické analýzy 20	
1.3 Cvičení . . . . .	20
2. TEORETICKÉ ZÁKLADY CHEMICKÝCH METOD ANALÝZY . . . . .	21
2.1 Úvod . . . . .	21
2.2 Roztoky . . . . .	21
2.2.1 Koncentrace roztoků . . . . .	22
Výpočty koncentrací 23	
2.3 Rozpouštění v kapalných rozpouštědlech . . . . .	25
2.3.1 Nepochární rozpouštědla . . . . .	26
2.3.2 Polární rozpouštědla . . . . .	26
Rozpouštění ve vodě 27	
2.3.3 Rozpustnost elektrolytů ve vodě . . . . .	28
Rozpustnost iontových sloučenin 29 — Rozpustnost elektrolytů s polární kovalentní vazbou 32	
2.3.4 Cvičení . . . . .	34
2.4 Chemická rovnováha . . . . .	34
2.4.1 Kinetické odvození chemické rovnováhy . . . . .	35
Srážková teorie průběhu chemických reakcí 35 — Reakční rychlost 36	
2.4.2 Zákon o působení hmoty . . . . .	37
Rovnovážná konstanta 37 — Termodynamické rovnovážné konstanty 38 — Rovnováhy v heterogenních soustavách 39 — Disociační a asociační konstanty 39	
2.4.3 Cvičení . . . . .	40
2.5 Protolytické rovnováhy . . . . .	40
2.5.1 Teorie kyselin a zásad . . . . .	40
2.5.2 Protolytické rovnováhy ve vodě . . . . .	43
2.5.3 Výpočet pH roztoků silných protolytů . . . . .	44
Silné kyseliny 44 — Silné zásady 46	
2.5.4 Výpočet pH roztoků slabých jednosytných protolytů . . . . .	47
Slabé jednosytné kyseliny 47 — Slabé jednosytné zásady 49 — Hydrolyzované soli 49	
2.5.5 Výpočet pH roztoků obsahujících současně kyselinu a konjugovanou zásadu . . . . .	50
Tlumivé roztoky 51	
2.5.6 Výpočet pH roztoků obsahujících více slabých protolytů . . . . .	51
Roztoky soli slabých jednosytných kyselin se slabými jednosytnými zásadami 51 — Roztoky vícesytných kyselin a zásad 53 — Roztoky amfolytů 54	
2.5.7 Využití protolytických rovnováh k hydrolytickému dělení kovových iontů . . . . .	55
2.5.8 Využití protolytických rovnováh v odměrné analýze . . . . .	56
Titrační křivky 57 — Teorie acidobazických indikátorů 65 — Praktické důsledky průběhu titračních křivek 69 — Titrace kyselin a zásad v nevodném prostředí 71	
2.5.9 Cvičení . . . . .	72
2.6 Komplexotvorné reakce . . . . .	73
2.6.1 Úvod . . . . .	73
2.6.2 Komplexotvorné schopnosti kovů a ligandů . . . . .	75
Komplexotvorné vlastnosti kovů 75 — Komplexotvorné vlastnosti ligandů 77	
2.6.3 Analytický významné komplexní sloučeniny . . . . .	78
Komplexní kationty 78 — Komplexní anionty 79 — Komplexní neelektrolyty 82 — Cyklické komplexy (cheláty) 82	

2.6.4	Komplexotvorné rovnováhy ve vodném roztoku . . . . .	88
	Výpočet koncentrace volného kovového iontu 91 — Vedlejší reakce 95 — Maskování 97	
2.6.5	Využití komplexních sloučenin v odměrné analýze . . . . .	98
	Titrační křivky 99 — Chelatometrie 100 — Titrace využívající tvorby komplexů $ML_n$ 103	
2.6.6	Cvičení . . . . .	104
2.7	Srážecí reakce . . . . .	105
2.7.1	Součin rozpustnosti . . . . .	106
2.7.2	Výpočet rozpustnosti čistých látek . . . . .	107
2.7.3	Ovlivňování rozpustnosti málo rozpustných látek . . . . .	109
	Vliv cizích iontů 110 — Vliv vlastních iontů 111 — Vliv vedlejších rovnováh 112	
2.7.4	Vlastnosti sraženin . . . . .	118
	Tvorba sraženiny 118 — Koloidní vlastnosti sraženin 120 — Znečištění sedimentů 122	
2.7.5	Využití srážecích reakcí v analytické chemii . . . . .	124
	Dělení 124 — Kvalitativní analýza 125 — Kvantitativní analýza 126	
2.7.6	Cvičení . . . . .	133
2.8	Oxidačně redukční reakce . . . . .	134
2.8.1	Úvod . . . . .	134
2.8.2	Redukční potenciál . . . . .	136
	Měření redukčního potenciálu 139 — Elektrochemická řada napětí 140 — Posouzení průběhu reakce dvou oxidačně redukčních párů 142 — Faktory ovlivňující redukční potenciál 144	
2.8.3	Katalytické a indukované reakce . . . . .	148
	Selektivní katalýza 149 — Autokatalýza 150 — Indukované reakce 151 — Inhibitory 153	
2.8.4	Využití oxidačně redukčních reakcí při důkazu nebo dělení prvků 155	
2.8.5	Využití oxidačně redukčních reakcí při elektrolytickém dělení prvků . . . . .	159
2.8.6	Využití oxidačně redukčních reakcí v odměrné analýze . . . . .	163
	Titrační křivka 164 — Oxidačně redukční indikátory 170 — Přesnost oxidačně redukčních titrací 172	
2.8.7	Cvičení . . . . .	174
2.9	Literatura . . . . .	175
3.	ANORGANICKÁ KVALITATIVNÍ ANALÝZA . . . . .	177
3.1	Úvod . . . . .	177
3.1.1	Obečné zásady kvalitativní analýzy . . . . .	177
3.1.2	Citlivost chemických důkazů . . . . .	178
3.1.3	Pokyny pro práci v laboratoři . . . . .	179
3.2	Pracovní technika . . . . .	181
3.2.1	Zkoušky na suché cestě . . . . .	181
	Zahřívání tuhé látky v mikrozkuševce 181 — Zkoušky v plameni 181 — Perlicková reakce 182	
3.2.2	Převádění tuhého vzorku do roztoku . . . . .	183
3.2.3	Běžné operace s roztoky . . . . .	184
	Reakce ve zkumavkách 184 — Srážení plynem 185 — Oddělování sedimentů 185 — Odpařování a odkučování 187 — Vytřepávání (extrakce) 187	
3.2.4	Kapkové reakce . . . . .	187
	Reakce na hodinovém sklíčku nebo kapkovací desce 187 — Reakce na filtračním papíru 188 — Mikrokystaloskopické reakce 189 — Důkazy plyných zplodin 189 — Důkazy „bez porušení“ vzorku 189	
3.2.5	Luminiscenční analýza . . . . .	190
	Fluorescenční důkazy v ultrafialovém světle 190 — Termoluminiscenční důkazy 192 — Chemiluminiscenční důkazy 192	
3.3	Roztřídění kationtů a aniontů do analytických tříd . . . . .	192
3.3.1	Úvod . . . . .	192
	Sirovodíkový způsob dělení kationtů 193 — Jiné způsoby dělení kationtů 195 — Roztřídění aniontů 196	
3.3.2	Skupinové srážecí reakce kationtů . . . . .	196
	Kyselina chlorovodíková 196 — Kyselina sírová 198 — Sirovodík 198 — Sírník amonný 201 — Thioacetamid 202 — Alkalický hydroxid 202 — Amoniak 205 — Alkalický uhličitán a uhličitán amonný 207 — Alkalický fosforečnan (amonný) 207 — Alkalický chroman 208 — Alkalický jodid 208	

3.3.3	Skupinové reakce aniontů . . . . .	209
	Srážecí reakce barvatých iontů 209 — Srážecí reakce stříbrných iontů 211 — Oxidačně redukční reakce aniontů 212	
3.4	Systematický postup kvalitativní semimikroanalýzy běžných prvků . . . . .	215
3.4.1	Potřebná činidla . . . . .	215
3.4.2	Předběžné zkoušky Důkaz amonia 218 — Důkaz železa a jeho mocenství 218 — Důkaz kyanidu 219	217
3.4.3	Důkazy kationtů Důkazy prvků třídy Ia 219 — Důkazy prvků třídy Ib 222 — Důkazy prvků II. třídy 223 — Důkazy prvků III., IV. a V. třídy 225	219
3.4.4	Důkazy aniontů . . . . . Schéma postupu při důkazu aniontů 230	230
3.5	Cvičení . . . . .	241
3.6	Literatura . . . . .	241
4.	ANORGANICKÁ KVANTITATIVNÍ ANALÝZA . . . . .	243
4.1	Úvod . . . . .	243
4.2	Odebírání a úprava vzorku . . . . .	244
4.3	Odvažování vzorku . . . . .	246
4.3.1	Analytické váhy a závaží . . . . .	246
4.3.2	Vážení . . . . .	248
4.3.3	Velikost navážky a obecná pravidla pro odvažování vzorku . . . . .	249
4.4	Převádění vzorku do roztoku . . . . .	250
4.4.1	Obecné zásady . . . . .	250
4.4.2	Rozklady na mokré cestě . . . . .	250
4.4.3	Rozklady na suché cestě . . . . . Tavení zásadité 254 — Kyselé tavení (dvojsíranové) 255 — Slinování 255 — Ostatní způsoby 256	253
4.4.4	Materiál nádob používaných k rozkladu . . . . .	257
4.5	Dělicí metody . . . . .	258
4.5.1	Úvod . . . . .	258
4.5.2	Dělení srážením Postup při srážení 260	259
4.5.3	Elektrolýza . . . . .	263
4.5.4	Extrakce . . . . .	265
4.5.5	Chromatografie, měniče iontů . . . . .	268
4.5.6	Destilace . . . . .	271
4.6	Vázková analýza . . . . .	274
4.6.1	Obecný postup . . . . .	274
4.6.2	Přehled vylučovacích forem prvků podle druhů srážedla a jejich převádění na formu k vážení . . . . .	276
4.6.3	Termická analýza . . . . .	286
4.7	Odměrná analýza . . . . .	289
4.7.1	Obecný postup při odměrné analýze . . . . . Odměrné nádoby 289 — Základní látky 292	289
4.7.2	Alkalimetrie a acidimetrie Odvozování valu v alkalimetrii a acidimetrii 293 — Alkalimetrie 294 — Acidimetrie 298	293
4.7.3	Komplexometrické titrace Chelatometrie 304 — Merkurimetrie 307 — Argentometrické stanovení kyanidů 308	305
4.7.4	Srážecí titrace . . . . . Argentometrické metody 309	309
4.7.5	Oxidimetrie . . . . . Úvod 312 — Reduktory 312 — Permanganometrie 314 — Bichromatometrie 318 — Cerimetrie 319 — Bromatometrie 320 — Jodometrie 322	312
4.7.6	Reduktometrie Titanometrie 327 — Chromometrie 328	327
4.8	Cvičení . . . . .	328
4.9	Literatura . . . . .	331

5.	PŘEHLED ANALYTICKÉ CHEMIE DŮLEŽITĚJŠÍCH PRVKŮ . . . . .	3 32
5.1	Kovy . . . . .	332
5.1.1	První analytická třída . . . . .	332
	Stříbro 333 — Olovo 334 — Thalium 336 — Rtuť 337 — Kadmium 339 — Měď 340 — Vizmut 341	
5.1.2	Druhá analytická třída . . . . .	343
	Arsen 343 — Antimon 345 — Cín 346 — Molybden 347 — Wolfram 348 — Vanad 349 — Selen a telur 349 — Germanium 350 — Zlato 351	
5.1.3	Třetí analytická třída . . . . .	352
	Hliník 352 — Beryllium 354 — Titan 354 — Chrom 355 — Železo 357 — Zinek 358 — Uran 360 — Mangan 361 — Kobalt 362 — Nikl 364 — Zirkonium a hafnium 365	
5.1.4	Čtvrtá analytická třída . . . . .	365
	Vápník 366 — Stroncium 367 — Baryum 367	
5.1.5	Pátá analytická třída . . . . .	368
	Hořčík 368 — Alkalické kovy 369 — Lithium 370 — Sodík 370 — Draslík 371	
5.2	Nekovy . . . . .	371
	Křemík 371 — Bor 373 — Fosfor 374 — Síra 376 — Halogeny 379 — Uhlík 383 — Vodík 385 — Dusík 386	
5.3	Příklady technických rozborů . . . . .	389
5.3.1	Stanovení obsahu uhlíku, křemíku, fosforu, manganu a síry v oceli . . . . .	389
	Stanovení celkového uhlíku 389 — Stanovení křemíku 390 — Stanovení fosforu 390 — Stanovení manganu 391 — Stanovení síry 391	
5.3.2	Analýza mosazi . . . . .	392
	Stanovení cínu 392 — Stanovení mědi a olova 393 — Stanovení zinku 393	
5.3.3	Stanovení kyslíčniku fosforečného a dusíku v kombinovaném hnojivu . . . . .	394
	Stanovení kyslíčniku fosforečného 394 — Stanovení obsahu dusíku 394	
5.3.4	Stanovení síry v pyritu . . . . .	395
5.3.5	Stanovení kyslíčníků křemičitého, hlinitého, železitého, vápenatého a hořečnatého ve vzorku magnezitu . . . . .	396
	Stanovení kyslíčniku křemičitého 396 — Stanovení kyslíčniku železitého 397 — Stanovení kyslíčniku hořečnatého 397 — Stanovení kyslíčniku vápenatého 398 — Stanovení kyslíčniku hlinitého 398	
5.4	Literatura . . . . .	399
6.	ORGANICKÁ ANALÝZA . . . . .	400
6.1	Úvod . . . . .	400
6.1.1	Účel a charakter organické analýzy . . . . .	400
6.1.2	Metody organické analýzy . . . . .	401
6.1.3	Obecný postup při analýze neznámé látky . . . . .	403
6.2	Přípravné práce . . . . .	404
6.2.1	Příprava látky k analýze . . . . .	404
	Čištění 404 — Sušení 405 — Úprava vzorku 406	
6.2.2	Předběžné zkoušky . . . . .	406
	Rozpusťnost organických látek 407	
6.3	Určování fyzikálních konstant . . . . .	409
6.3.1	Bod tání, směsný bod tání . . . . .	409
6.3.2	Bod varu . . . . .	410
6.3.3	Měrná hmota . . . . .	411
6.3.4	Index lomu . . . . .	411
6.3.5	Optická otáčivost . . . . .	412
6.3.6	Ostatní fyzikální konstanty . . . . .	412
6.4	Kvalitativní elementární analýza . . . . .	413
6.4.1	Důkazy uhlíku a vodíku . . . . .	413
	Zkouška žháním 413 — Oxidační zkouška 413 — Redukční zkouška 413	
6.4.2	Důkazy kyslíku . . . . .	415
	Jodová zkouška 415 — Zkouška rhodanidem železitým 415 — Termické stěpení 415	

6.4.3	Důkazy dusíku a síry . . . . .	416
	LASSAIGNEOVA zkouška 416 — Jiné zkoušky 416	
6.4.4	Důkazy halogenů . . . . .	417
	BEILSTEINOVA zkouška 417 — Zkouška ziháním s kyslíčnickem vápenatým 417 — LASSAIGNEOVA zkouška 417	
6.4.5	Důkazy kovů . . . . .	418
6.4.6	Důkazy některých dalších prvků . . . . .	419
6.5	Kvantitativní elementární analýza . . . . .	420
6.5.1	Stanovení uhlíku a vodíku . . . . .	420
	LEIBIGOVA metoda 420 — DENNSTEDTOVA metoda 421 — Jiné metody 421	
6.5.2	Stanovení kyslíku . . . . .	422
	Hydrogenační metody 422 — Pyrolytické metody 423	
6.5.3	Stanovení dusíku . . . . .	424
6.5.4	Stanovení halogenů . . . . .	426
	Oxidační metody 426 — Redukční metody 427 — Hydrolytické metody 429	
6.5.5	Stanovení síry . . . . .	429
	Oxidační metody 429 — Redukční metody 430	
6.5.6	Stanovení fosforu . . . . .	430
6.5.7	Stanovení arsenu . . . . .	431
6.5.8	Stanovení křemíku . . . . .	432
6.5.9	Stanovení kovů (kromě rtuti) . . . . .	432
6.5.10	Stanovení rtuti . . . . .	433
6.5.11	Stanovení selenu a boru . . . . .	433
6.6	Určování některých funkčních skupin . . . . .	434
6.6.1	Důkaz a stanovení aktivního vodíku . . . . .	434
6.6.2	Určování hydroxylové skupiny —OH . . . . .	436
	Důkazy hydroxylové skupiny 436 — Stanovení hydroxylové skupiny 438	
6.6.3	Určování karbonylové skupiny =CO . . . . .	439
	Důkazy karbonylové skupiny 439 — Stanovení karbonylové skupiny 440 — Důkaz a stanovení sacharidů 440	
6.6.4	Určování karboxylové skupiny —COOH . . . . .	441
	Důkazy karboxylové skupiny 441 — Stanovení karboxylové skupiny 441	
6.6.5	Určování esterů . . . . .	442
	Důkazy esterů 442 — Stanovení esterů 442	
6.6.6	Určování aminové skupiny —NH <sub>2</sub> . . . . .	443
	Důkazy a reakce aminů 443 — Stanovení aminů 445	
6.6.7	Určování redukovatelných skupin —NO <sub>2</sub> , —NO, —N=N—, —N=N—, —NH—NH— . . . . .	446
	↓	
	O	
	Reakce redukovatelných skupin 446 — Stanovení redukovatelných skupin 447	
6.6.8	Určování nenasycených vazeb . . . . .	448
	Důkazy dvojná a trojná vazby 448 — Stanovení dvojných a trojných vazeb 449	
6.7	Cvičení . . . . .	450
6.7.1	Kontrolní otázky z elementární kvalitativní a kvantitativní organické analýzy . . . . .	450
6.7.2	Příklady výpočtů z elementární kvantitativní organické analýzy 450	
6.7.3	Kontrolní otázky a příklady ze strukturní organické analýzy . . . . .	451
6.8	Literatura . . . . .	452
7.	ZPRACOVÁNÍ ANALYTICKÝCH VÝSLEDKŮ . . . . .	453
7.1	Numerické výpočty . . . . .	453
7.1.1	Počítání s přibližnými čísly . . . . .	453
7.1.2	Přepočty analytických výsledků . . . . .	455
	Přepočet obsahu určované složky na sušinu nebo vyžháný vzorek 455 — Výpočet empirického vzorce 460 — Nepřímá analytická stanovení 461	
7.2	Chyby analytických stanovení . . . . .	462

7.2.1	Definice základních pojmů . . . . .	463
	Rozdělení chyb 464	
7.2.2	Statistické sledování náhodných chyb . . . . .	464
	Odhad směrodatné odchylky jednotlivých měření od průměru 465 —	
	Odhad směrodatné odchylky průměru 466	
7.2.3	Interval spolehlivosti . . . . .	466
7.2.4	Testování výsledků . . . . .	467
7.2.5	Příklad vyjadřování výsledků analýz . . . . .	468
7.3	Normy a standardy . . . . .	469
7.4	Cvičení . . . . .	470
7.5	Literatura . . . . .	471
	Rejstřík . . . . .	472