

OBSAH

ÚVOD

I. Účel organické analýsy	31
II. Charakteristika organické analýsy	31
III. Methody organické analýsy	32
1. Methody elementárně-analytické.....	32
2. Methody strukturně-analytické	33
3. Methody molekulárně-analytické	34
IV. Obecný postup při analýse organických látek	34
1. Analýsa jedince	34
2. Analýsa směsi	37

DÍL PRVNÍ

PŘÍPRAVA ČISTÉ LÁTKY K ANALÝSE

I. Krystalisace (překrystalisování)	41
1. Volba rozpouštědla	41
2. Rozpouštění látky	43
3. Odbarvování	44
4. Filtrace	44
5. Vylučování krystalů	45
6. Isolace krystalů	46
7. Promývání krystalických sraženin	48
8. Zkouška krystalů na čistotu. Opakovaná krystalisace.....	48
II. Sušení pevných látek	49
1. Sušení na vzduchu při obyčejné teplotě (předsoušení).....	49
2. Sušení ve vakuu při obyčejné teplotě	49
3. Sušení ve vakuu za zvýšené teploty	50
4. Sušení látek velice hygroskopických	52
5. Stanovení krystalového rozpouštědla	53
III. Destilace	55
1. Destilace za obyčejného (atmosférického) tlaku	56
2. Destilace frakcionovaná	57
3. Destilace za tlaku sníženého (vakuová)	59
4. Destilace (přehánění) s vodní parou	61
5. Oddestilování (odpařování) rozpouštědla	62
IV. Sušení látek kapalných a roztoků	63

V. Sublimace.....	64
VI. Chromatografická adsorpce (metoda Cvětova).....	65
VII. Zkoušky látek na jednoduchost	66
Literatura	67

DÍL DRUHÝ

ANALYSA ELEMENTÁRNÍ

URČOVÁNÍ PRVKŮ

Mesoanalytické váhy a vážení na nich.....	70
Automatické aperiodické váhy Sartoriovy	70

Kapitola první

Určování uhlíku a vodíku

A. Kvalitativní důkaz uhlíku a vodíku	
1. Zkouška žiháním	75
2. Zkouška oxydací na kysličník uhličitý a vodu	75
B. Kvantitativní stanovení uhlíku a vodíku	
I. Přehled method	76
II. Stanovení uhlíku a vodíku podle Liebiga	
Metoda Suchardova a Bobraňského	78
III. Stanovení uhlíku a vodíku podle ter Meulena a Heslingy	
Metoda upravená M. Jurečkem	106
Literatura	109

Kapitola druhá

Určování dusíku

A. Kvalitativní důkaz dusíku	
Reakce Lassaigneova	111
B. Kvantitativní stanovení dusíku	
I. Přehled method	115
II. Plynoměrné stanovení dusíku podle Dumasa	
Metoda Hölscherova	116

B. Kvantitativní stanovení hexos	380
Stanovení aldos methodou Romijnovou	380
VII. Identifikace monosacharidů	381
VIII. Určování diketonů	
1. Reakce 1,2-diketonů	382
2. Reakce 1,3-diketonů	383
3. Reakce 1,4-diketonů	385
IX. Určování ketokyselin	
1. Reakce α -ketokyselin	386
2. Reakce β -ketokyselin	387
3. Reakce γ -ketokyselin	388
X. Určování skupin CCl_3CO a $\text{CCl}_3\text{CH}(\text{OH})$	
Reakce s louhem alkalickým	388
Literatura	389

Kapitola čtvrtá

Určování skupiny karboxylové

A. Kvalitativní důkaz skupiny COOH	395
I. Reakce skupiny karboxylové, založené na pohyblivosti vodíku	
1. Tvorba solí	396
2. Tvorba esterů	397
II. Reakce skupiny karboxylové, založené na reaktivnosti hydroxyly	
1. Tvorba chloridů	397
2. Tvorba kyselin hydroxamových	399
3. Příprava amidů	401
4. Příprava anilidů (<i>p</i> -bromanilidů, <i>p</i> -toluididů)	402
III. Odštěpení karboxylu	
1. Jako kysličník uhličitý	403
2. Jako kysličník uhelnatý	405
IV. Identifikace karbonových kyselin	
1. Příprava <i>p</i> -nitrobenzylesterů	405
2. Příprava <i>p</i> -bromfenacylesterů	406
3. Stanovení Duclauxových čísel	408
B. Kvantitativní stanovení skupiny COOH	
I. Titrace kyselin karbonových	410
Mesoanalytické stanovení karboxylu	411
II. Alkalimetrická titrace kyselin aminokarbonových	414
Mesoanalytické stanovení karboxylu v alifatických aminokyselinách podle Willstättera a Waldschmidt-Leitze	417

III. Analýza solí	418
C. Speciální reakce	
I. Reakce kyselin 1,2-dikarbonových	419
II. Reakce hydroxykyselin	
1. α -Hydroxykyseliny	
a) Rozklad teplem	421
b) Oxydace	422
c) Reakce amidů α -hydroxykyselin s chlornanem sodným podle Weermana	422
d) Reakce s koncentrovanou kyselinou sírovou	422
e) Reakce chloralidová	423
2. β -Hydroxykyseliny	
a) Chování se při zahřívání	423
b) Reakce s kyselinami halogenvodíkovými	424
c) Reakce s louhem sodným	424
3. γ -Hydroxykyseliny a δ -hydroxykyseliny	
Tvorba laktonů	424
D. Dělení kyselin karbonových od látek ostatních	425
Literatura	426

Kapitola pátá

Určování esterů, anhydridů a laktonů

Určování amidů, imidů, nitrilů a isonitrilů

I. Určování esterů

A. Kvalitativní důkaz skupiny COOR

Zmýdelňování esterů	428
1. Zkoušky předběžné	429
2. Identifikace esterů	430

B. Kvantitativní stanovení esterů

1. Stanovení ekvivalentní váhy esterů zmýdelněním	435
2. Stanovení skupiny karbomethoxylové a karbethoxylové methodou Zeiselovou	438

*C. Dělení esterů od látek ostatních	438
--	-----

II. Určování anhydridů

A. Kvalitativní důkaz skupiny — OC . O . CO —

1. Působení vody a alkalí	440
2. Reakce s alkoholy	440
3. Reakce s amoniakem	441

4. Reakce s hydroxylaminem	441
5. Reakce s hydrazinem (fenyhydrazinem)	442
B. Kvantitativní stanovení skupiny — OC . O . CO —	443
Stanovení skupiny anhydridové methodou Smithovou a Bryantovou	444
III. Určování laktonů	
1. Působení alkalí	447
2. Reakce s fenyhydrazinem a hydrazinhydrátem	448
IV. Určování amidů	
A. Kvalitativní důkaz skupin CONH ₂ , CONHR a CONRR'	
1. Zmýdelňování amidů	449
2. Identifikace amidů	450
3. Odbourání amidů podle A. W. Hofmanna	454
4. Reakce biuretová	455
B. Kvantitativní stanovení skupiny amidové	456
C. Dělení amidů od látek ostatních	457
V. Určování imidů	
1. Reakce s louhem alkalickým	458
2. Titrace imidů	459
3. Reakce s amoniakem	459
4. Reakce s methanolem	460
5. Odbourání podle Hofmanna	460
VI. Určování nitrilů	
A. Kvalitativní důkaz skupiny CN	
1. Zmýdelňování nitrilů	460
2. Redukce nitrilů	461
B. Kvantitativní stanovení skupiny CN	461
VII. Určování isonitrilů	
Působení zředěných kyselin	463
Literatura	464

Kapitola šestá

Určování alkylů na kyslíku a na dusíku. Určování etherů

I. Určování alkylů na kyslíku a na dusíku	
A. Kvalitativní důkaz alkylů na kyslíku a na dusíku	466
B. Kvantitativní stanovení alkylů na kyslíku a na dusíku	467
1. Stanovení skupin — OCH ₃ a — OC ₂ H ₅ v látkách netěkavých	470

2. Stanovení skupin — OCH ₃ a — OC ₂ H ₅ — v látkách těkavých podle Furtera	472
3. Stanovení skupin > NCH ₃ a > NC ₂ H ₅	474
4. Stanovení alkylů na kyslíku vedle alkylů na dusíku	476
5. Stanovení methoxyly vedle ethoxyly	476
C. Identifikace alkylů na kyslíku a na dusíku	
1. Rozlišení (O,N)-methylu a (O,N)-ethylu	478
2. Identifikace (O,N)-alkylů methodou Furterovou	478
II. Určování etherů	
A. Štěpení acyklických etherů	
1. Štěpení kyselinou jodovodíkovou	481
2. Štěpení chloridem hlinitým	481
3. Reakce s chloridy kyselin karbonových	482
B. Reakce cyklických etherů	
Působení vody a kyselin	483
C. Identifikace etherů	484
Literatura	485

Kapitola sedmá

Určování skupiny (O,N)-acetylové a (O,N)-benzoylové

Určování methylů na uhlíku

I. Určování skupiny (O,N)-acetylové a (O,N)-benzoylové	
A. Kvalitativní důkaz skupin (O,N)-COCH ₃ a (O,N)-COC ₆ H ₅	487
1. Reakce jod-lanthanová	487
2. Reakce kakodylová	488
3. Reakce na kyselinu benzoovou	488
B. Kvantitativní stanovení skupin (O,N)-COCH ₃ a (O,N)-COC ₆ H ₅	
Stanovení acetylu a benzoylu methodou Kuhnovou a Rothovou	488
II. Určování methylů na uhlíku	
Stanovení methylů na uhlíku methodou Kuhnovou a Rothovou	493
Literatura	498

Kapitola osmá

Určování skupiny (O,N)-methylenové a benzalové

Určování skupiny isopropylidenové

I. Určování skupiny (O,N)-methylenové	
A. Kvalitativní důkaz skupiny methylenové	
1. Reakce založené na odštěpení formaldehydu	499

2. Důkaz labilně vázaných skupin methylenových podle Votočka a Veselého	500
B. Kvantitativní stanovení skupiny methylenové	
Stanovení skupiny $\begin{array}{l} \text{— O} \\ \text{— O} \end{array} \text{CH}_2$ methodou Weberovou, Tollensovou a Clowesovou	501
II. Určování skupiny benzalové	
A. Kvalitativní důkaz skupiny $\begin{array}{l} \text{— O} \\ \text{— O} \end{array} \text{CH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5$	502
B. Kvantitativní stanovení skupiny $\begin{array}{l} \text{— O} \\ \text{— O} \end{array} \text{CH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5$	
Stanovení skupiny benzalové methodou Votočkovou a Valentinovou.....	502
III. Určování skupiny isopropylidenové	
A. Kvalitativní důkaz skupiny $\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{C} \\ \text{CH}_3 \end{array}$	503
B. Kvantitativní stanovení skupiny $\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{C} \\ \text{CH}_3 \end{array}$	
Stanovení skupiny isopropylidenové methodou Kuhnovou a Rothovou ...	504
Literatura	508

Kapitola devátá

Určování zásaditých skupin dusíkatých

I. Obecné metody	
A. Kvalitativní důkaz zásaditých skupin dusíkatých	
1. Reakce vodných roztoků, tvorba a vlastnosti solí.....	509
2. Důkaz skupin NH_2 , NH a NCH_3 tavením s fluoresceinchloridem podle Feigla, Angera a Zapperta	511
B. Kvantitativní stanovení zásaditých skupin dusíkatých	
1. Acidimetrická titrace	515
Titrace aminového dusíku slabých zásad v prostředí bezvodé kyseliny octové podle Tomíčka	517
2. Analýsa solí	520
II. Určování primární aminoskupiny NH_2	
A. Kvalitativní důkaz skupiny NH_2	
1. Reakce s acetylchloridem	522

2. Reakce isonitrilová (karbylamínová)	523
3. Reakce založená na vzniku hořčičných olejů	524
4. Reakce s kyselinou dusitou	524
5. Reakce aromatických diaminů	
a) Reakce s kyselinou dusitou	526
b) Lauthova reakce <i>p</i> -diaminů	527
c) Chinoxalinová reakce <i>o</i> -diaminů	527
d) Chrysoidinová reakce <i>m</i> -diaminů	528
6. Reakce alifatických aminokarbonových kyselin	
a) Reakce se solemi těžkých kovů	528
b) Chuťová reakce aminokyselin	529
c) Převodění alifatických α -aminokyselin primárních v estery kyseliny diazokarbonových	530
d) Převodění alifatických α -aminokyselin (skupiny — CH(NH ₂) . COOH) v aldehydy podle Fehdena a Goldschmidta	531
B. Kvantitativní stanovení skupiny NH ₂	
1. Stanovení alifatické primární aminoskupiny	
Metoda van Slykeova	532
2. Stanovení aromatické primární aminoskupiny, založené na diazotaci	537
III. Určování sekundární aminoskupiny (iminoskupiny) > NH	
A. Kvalitativní důkaz skupiny > NH	
1. Reakce s kyselinou dusitou	539
2. Reakce s nitroprussidem sodným a acetaldehydem podle Feigla a Angera	540
B. Kvantitativní stanovení skupin — NH ₂ a > NH	
1. Metoda Čugajevova-Cerevitinova	541
2. Methody acylační	541
a) Methody přímé	541
b) Methody nepřímé	542
1. Acetylace	542
2. Benzoylace	543
3. Příprava jiných acylderivátů	544
IV. Určování terciárního aminového dusíku $\begin{matrix} & & \diagup \\ & & N \\ & & \diagdown \end{matrix}$	
1. Reakce s kyselinou dusitou	544
2. Reakce s methyljodidem	544
V. Určování primární skupiny hydrazinové — NH . NH ₂	
1. Reakce primárních alkylhydrazinů Alk . NH . NH ₂	545

2. Reakce primárních arylhydrazinů $\text{Ar} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH}_2$	545
3. Stanovení primární skupiny hydrazinové methodou E. v. Meyerovou	547
VI. Určování primárně-terciární skupiny hydrazinové $> \text{N} \cdot \text{NH}_2$	
1. Reakce primárně-terciárních (asymetrických) alkylhydrazinů $(\text{Alk})_2\text{N} \cdot \text{NH}_2$	548
2. Reakce primárně-terciárních (asymetrických) hydrazinů aromatických $(\text{Ar})_2\text{N} \cdot \text{NH}_2$ a smíšených $(\text{AlkAr})\text{N} \cdot \text{NH}_2$	549
3. Reakce skupin $-\text{NH} \cdot \text{NH}_2$ a $> \text{N} \cdot \text{NH}_2$ s pentakvano-amo-železnatanem sodným	549
VII. Určování di-sekundární skupiny hydrazinové $-\text{NH} \cdot \text{NH}-$ (hydrazoskupiny)	
1. Reakce di-sekundárních (symetrických) alkylhydrazinů (alifatických hydrazosloučenin) $\text{Alk} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH} \cdot \text{Alk}$	550
2. Reakce di-sekundárních (symetrických) arylhydrazinů (aromatických hydrazosloučenin) $\text{Ar} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH} \cdot \text{Ar}$	
a) Rozklad teplem	550
b) Reakce přesmykovací	551
VIII. Identifikace dusíkatých zásad	
1. Příprava derivátů <i>p</i> -nitrobenzamidů a <i>p</i> -nitrobenzhydrazidů	553
2. Příprava derivátů močoviny	554
IX. Dělení dusíkatých zásad	
1. Dělení dusíkatých zásad od látek ostatních	554
2. Dělení dusíkatých zásad navzájem na základě různé zásaditosti	555
3. Dělení primárních nebo sekundárních aminů od terciárních acetylací	556
4. Dělení primárních, sekundárních a terciárních aminů methodou Hinsbergovou	556
Literatura	558

Kapitola desátá

Určování nitroso- isonitroso-, nitro- a azoskupin

A. Kvalitativní důkaz nitroso-, isonitroso-, nitro- a azoskupin	562
I. Nitrososkupina (C) — NO	
1. Reakce s jodidem draselným	562
2. Reakce s difenylaminem a konc. kyselinou sírovou	562
3. Reakce Liebermannova	562
4. Reakce s pentakvano-amo-železnatanem sodným	563
5. Reakce s hydroxylaminem	563

II. Isonitrososkupina (C) = NOH	
1. Reakce založená na odštěpení hydroxylaminu a jeho převedení v železitou sůl kyseliny hydroxamové	564
2. Reakce založená na odštěpení hydroxylaminu a jeho oxidaci na kyselinu dusitou	565
III. Nitroskupina (C) — NO ₂	566
1. Reakce nitrolová	567
2. Reakce s pentakvano-amo-železnatanem sodným po redukcii na nitrososloučeninu	567
3. Reakce s amalgamou sodíkovou	567
4. Reakce <i>m</i> -dinitrosloúčenin s acetonem a louhem podle Janovského ..	568
IV. Azoskupina — N = N —	
Redukce azosloučenin	570
B. Kvantitativní stanovení skupin NO, NO ₂ a N = N	
I. Přehled method	671
II. Titanometrické stanovení nitro-, azo- a nitrososkupin	
1. Methoda Kolthoffova a Robinsonova	573
2. Methoda Callanova a Russell-Hendersonova	577
Literatura	581

Kapitola jedenáctá

Určování skupin obsahujících síru

I. Skupina thiolová (sulfhydrilová) SH	
A. Kvalitativní důkaz skupiny SH	
1. Tvorba merkaptidů	583
2. Tvorba thioesterů	584
3. Reakce s chloridem železitým	584
4. Reakce s dusitanem ethylnatým	584
5. Reakce s nitroprussidem sodným a louhem	585
B. Kvantitativní stanovení skupiny SH	
1. Methoda Čugajevova-Cerevitinovova	585
2. Jodometrické stanovení thiolů a thiokyselin podle Klasona a Carlsona	585
C. Identifikace merkaptanů a thiofenolů	
1. Příprava 2,4-dinitrofenylthioetherů	586
2. Příprava 2,4-dinitrofenylsulfonů	587
II. Skupina thioetherová (C) — S — (C)	
A. Reakce dialkylsulfidů (thioetherů)	
1. Reakce addiční	587
2. Reakce thioetherů RSCH ₃ s kyselinou jodovodíkovou	589

B. Kvantitativní stanovení skupiny SCH_3	589
III. Skupina thionová $> \text{C} = \text{S}$	
Reakce s peroxydem vodíku	589
IV. Skupina isothiokyanová $-\text{N} = \text{C} = \text{S}$	
A. Kvalitativní důkaz hořčičných olejů	
1. Reakce s aminy	590
2. Reakce s kyslíčkem rtuťnatým	591
B. Kvantitativní stanovení hořčičných olejů	591
V. Skupina thioamidová $-\text{CSNH}_2$ a $-\text{CSNHR}$	
Reakce s benzofenonchloridem podle Čugajeva	592
VI. Skupina sulfonová (C) $-\text{SO}_3\text{H}$	
A. Kvalitativní důkaz skupiny (C) $-\text{SO}_3\text{H}$	
1. Alkalické tavení	592
2. Reakce ortho- a parafenolsulfonových kyselin s bromem	593
B. Kvantitativní stanovení skupiny (C) $-\text{SO}_3\text{H}$	
Titrace kyselin sulfonových	594
C. Identifikace kyselin sulfonových	594
VII. Skupiny sulfonamidové	595
Zmýdelňování sulfonamidů	596
Literatura	596

Kapitola dvanáctá

Určování sloučenin obsahujících halogeny

1. Reakce s alkoholickým louhem	598
2. Reakce s alkoholickým dusičnanem stříbrným	598
3. Identifikace halogensloučenin	600
Literatura	602

Kapitola třináctá

Určování dvojných vazeb

A. Kvalitativní důkaz dvojných vazeb	
I. Reakce s roztokem manganistanu podle Baeyera	603
II. Reakce s tetranitromethanem podle Ostromyslenského	604
III. Reakce addiční	
1. Addice bromu	604

2. Addice nitrosylchloridu	606
3. Addice vodíku	
a) Redukce sodíkem (amalgamou sodíkovou) a alkoholem	607
b) Katalytická hydrogenace plynným vodíkem	
Metoda Willstätterova	607
B Kvantitativní stanovení dvojných vazeb	611
I. Methody založené na addici halogenů	
1. Stanovení dvojných vazeb (bromového čísla) addicí bromu v parách	
Metoda Beckerova a Rossmannova	
a) Vážkové stanovení	612
b) Titrační stanovení	613
2. Stanovení dvojných vazeb (jodového čísla) addicí jodmonobromidu.	
Metoda Hanušova	617
II. Methody založené na addici vodíku	
Plynoměrné stanovení dvojných vazeb katalytickou hydrogenací	
Metoda Slottova a Blaukeova	618
III. Methody založené na addici kyslíku	
Stanovení dvojných vazeb oxidací kyselinou perbenzoovou	
Metoda Prilečajevova	626
Literatura	628

Kapitola čtrnáctá

Určování trojných vazeb

A. Kvalitativní důkaz trojné vazby	
1. Reakce skupiny $\text{CH} \equiv \text{C}$ — se solemi měďnými a stříbrnými	631
2. Addice halogenů a halogenvodíku	632
3. Addice vody	632
B. Kvantitativní stanovení trojných vazeb	
Stanovení acetyleny methodou Chavalestonovou a Novotného	632
Literatura	633

III. Odměrné stanovení dusíku podle Kjeldahla	
Metoda Elekova, Sobotkova a Harteova	129
Literatura	133

Kapitola třetí

Určování halogenů

A. Kvalitativní důkaz chloru, bromu a jodu	
1. Reakce Beilsteinova	135
2. Zkouška pálením s vápnem	136
3. Zkouška tavením s alkalickým kovem	137
B. Kvantitativní stanovení chloru, bromu a jodu	
I. Přehled obecných method.....	137
II. Stanovení chloru, bromu a jodu na principu Dennstedtově	140
1. Stanovení chloru a bromu methodou spalovací, upravenou M. Jurečkem	140
2. Stanovení bromu methodou Leipertovou a Watzlawkovou	144
3. Stanovení jodu methodou Leipertovou a Münsterovou	146
III. Stanovení chloru, bromu a jodu tavením s peroxydem sodíku	
Metoda Pringsheimova	148
IV. Stanovení chloru, bromu a jodu podle Caria	
Metoda Hölscherova	150
V. Stanovení chloru, bromu a jodu podle Baubignyho a Chavannea	
1. Alkalimetrické stanovení chloru a bromu methodou Zacherlovou a Krainickovou	155
2. Stanovení jodu	159
VI. Stanovení halogenů rozkladem sodíkem podle Chablaye	
Metoda Vaughnova a Nieuwlandova	161
VII. Stanovení halogenů ve zvláštních případech	163
VIII. Stanovení několika halogenů vedle sebe	164
Stanovení chloru vedle bromu podle Böcka a Locka	164
Stanovení chloru, bromu a jodu vedle sebe podle Bekka	165
Literatura	166

Kapitola čtvrtá

Určování síry

A. Kvalitativní důkaz síry	
Reakce Vohlova	169

DÍL ČTVRTÝ
ANALYSA MOLEKULÁRNÍ
URČOVÁNÍ FYSIKÁLNÍCH KONSTANT

Kapitola první

Určování bodu tání a bodu varu. Určování hutnoty

I. Stanovení bodu tání v kapiláře	636
II. Stanovení bodu varu	644
III. Stanovení hutnoty malých množství kapalin	645

Kapitola druhá

Určování molekulární váhy

1. Stanovení molekulární váhy ze snížení bodu tuhnutí	
Kryoskopická metoda Rastova	647
2. Stanovení molekulární váhy ze zvýšení bodu varu	
Ebullioskopická metoda Riecheova	651
Literatura	656

Kapitola třetí

Optické metody v analýze organických sloučenin

(Zpracoval Dr Ing. Jan K. Wanka)

Úvod	657
Určování optické otáčivosti (polarimetrie)	658
Stanovení indexu lomu (refraktometrie)	663
Měření interferometrická	675
Měření spektrální absorpce	676
1) Methody spektrografické	687
2) Methody spektro-fotometrické	699
Měření spektrální absorpce v infračerveném oboru záření	700
Fluorescenční spektra	706
Ramanova spektra	711
Srovnání významu Ramanových spekter a infračervených absorpčních spekter v analýze organických látek	713
Stanovení obsahu účinné součásti z mohutnosti absorpce	715
Methody kolorimetrické	720
Methody spektro-fotometrické	721
Methody objektivní (elektrometrické)	725
Methody nefelometrické	729
Literatura	732
Seznam obrázků	735
Rejstřík	739

B. Kvantitativní stanovení síry

I. Přehled method	169
II. Stanovení síry na principu Dennstedtově Spalovací metoda upravená M. Jurečkem	171
III. Stanovení síry tavením se sodou a ledkem	173
IV. Stanovení síry tavením s peroxydem sodíku Metoda Pringsheimova	174
V. Stanovení síry podle Caria Metoda Hölscherova	174
Literatura	175

Kapitola pátá

Určování ostatních prvků, častěji se vyskytujících v organických látkách

I. Určování kyslíku	
A. Kvalitativní důkaz kyslíku	176
B. Kvantitativní stanovení kyslíku	176
II. Určování alkalických kovů	
A. Kvalitativní důkaz sodíku a draslíku	178
B. Kvantitativní stanovení sodíku a draslíku	178
III. Určování kovů žíravých zemin	
A. Kvalitativní důkaz vápníku, stroncia a barya	181
B. Kvantitativní stanovení vápníku, stroncia a barya	181
IV. Určování hořčíku	181
V. Určování mědi	182
Mikroelektrolytické stanovení mědi	182
VI. Určování stříbra	185
Stanovení stříbra v organických léčivech podle Lehmannna	185
VII. Určování drahých kovů (zlata a platiny)	186
VIII. Určování zinku	186
IX. Určování kadmia	186
X. Určování rtuti	187
A. Kvalitativní důkaz rtuti	
1. Reakce s mědí	187
2. Reakce se sirovodíkem	187
B. Kvantitativní stanovení rtuti	
1. Stanovení rtuti methodou spalovací na principu Dennstedtově... ..	188
2. Současné stanovení rtuti a halogenů nebo síry podle M. Jurečka..	191
3. Stanovení rtuti v látkách dusíkatých	194
4. Stanovení rtuti hydrogenační methodou ter Menledodu	197

XI. Určování železa, hliníku a chromu.....	197
XII. Určování olova	197
Stanovení olova v alkylolovech	198
XIII. Určování cínu	199
XIV. Určování bóru	
A. Kvalitativní důkaz bóru	199
B. Kvantitativní stanovení bóru	
1. Stanovení bóru tavením se sodou. Methoda Rothova I.	199
2. Stanovení bóru, založené na destilaci methylesteru kyseliny borité Methoda Rothova II.	201
3. Stanovení kovů v látkách obsahujících bór podle Rotha	202
XV. Určování fosforu	
A. Kvalitativní důkaz fosforu	203
B. Kvantitativní stanovení fosforu	
1. Stanovení fosforu podle Lieba	203
2. Stanovení fosforu podle Mariea	206
XVI. Určování arsenu	
A. Kvalitativní důkaz arsenu.....	207
B. Kvantitativní stanovení arsenu	
1. Methoda Holandského lékopisu	208
2. Methoda Schulekova a Villéczova	208
3. Hydrogenační methoda ter Meulenova	211
4. Stanovení malých množství arsenu v organickém materiálu podle M. Jurečka	213
XVII. Určování antimonu.....	216
XVIII. Určování vizmutu	217
XIX. Určování selenu	
A. Kvalitativní důkaz selenu	217
B. Kvantitativní stanovení selenu	
Methoda Wredeova	217
XX. Určování fluoru	
A. Kvalitativní důkaz fluoru	
1. Reakce Beilsteinova	219
2. Methoda Dimrothova a Bockemüllerova	220
3. Methoda Cadenbachova	220
B. Kvantitativní stanovení fluoru	
Přehled method	220
XXI. Určování manganu	222
XXII. Určování kobaltu a niklu	222
Literatura.....	222

Určení empirického vzorce 226

DÍL TŘETÍ

ANALYSA STRUKTURNÍ

Část první

URČOVÁNÍ MATEČNÉ LÁTKY

Kapitola první

Methody oxydační

I. Oxydační činidla, obecný postup a izolace oxydačních produktů.....	230
II. Oxydační odbourání postranních řetězců v sloučeninách aromatických a heterocyklických	232
III. Oxydace skupin C-methylových na kyselinu octovou	234
IV. Oxydace alkoholů na aldehydy (ketony) a karbonové kyseliny.....	235
V. Oxydační štěpení ketonů	236
VI. Oxydační štěpení 1,2-glykolů	
1. Štěpení octanem olovičitým podle Criegeeae	236
2. Štěpení kyselinou jodistou podle Malapradaea	237
VII. Odbourání methylketonů RCOCH_3 na kyseliny RCOOH	239
VIII. Oxydační zrušení dvojných vazeb	239
1. Oxydace manganistanem v alkalickém roztoku	239
2. Oxydace ozonem podle Harriese	240
3. Oxydace skupin C-isopropylidenových na aceton	242
Literatura	243

Kapitola druhá

Dehydrogenace alicyklických sloučenin

I. Obecné poznámky	245
II. Dehydrogenační metody a činidla	
1. Katalytická dehydrogenace	246
2. Dehydrogenace sírou	247
3. Dehydrogenace selenem	248
III. Chování se funkčních skupin při dehydrogenaci	248

IV. Dehydrogenace za současné změny uhlíkové kostry	249
V. Disproporcionace	251
VI. Heterocyklické sloučeniny	251
Literatura	252

Kapitola třetí

Alkalické tavení a metody podobné

I. Princip a použití alkalického tavení	254
II. Provedení alkalického tavení	254
III. Alkalické tavení alifatických kyselin karbonových	254
IV. Náhrada halogenu v aromatických sloučeninách skupinou hydroxylovou	255
V. Náhrada sulfoskupiny v aromatických sloučeninách hydroxylem	255
VI. Náhrada sulfoskupiny a chloru v aromatických sloučeninách skupinou kyanovou	256
VII. Náhrada sulfoskupiny karboxylem	257
Literatura	257

Kapitola čtvrtá

Methody redukční

I. Destilace se zinkovým prachem	259
II. Redukce kyselinou jodovodíkovou	262
III. Redukce skupiny karbonylové na skupinu methylenovou	
1. Methoda Clemmensenova	263
2. Methoda Wolfova a Kishnerova	264
Literatura	264

Část druhá

URČOVÁNÍ ATOMOVÝCH SKUPIN

Kapitola první

Určování aktivního vodíku

Určování aktivních skupin C-methylenových

I. Určování aktivního vodíku	
1. Stanovení aktivního vodíku methodou Čugajeovou a Cerevitinovovou	267
2. Reakce jednotlivých atomových skupin a jejich vliv na stanovení aktivního vodíku	267

II. Určování aktivních skupin C-methylenových (methylových, methinových)	
1. Reakce s nitroprussidem sodným a louhem (Legalova-Bittóova)	281
2. Reakce s <i>m</i> -dinitrobenzenem a louhem (Zimmermannova)	281
3. Reakce s aromatickými nitrososloučeninami (Ehrlichova-Sachsova) . . .	282
Literatura	283

Kapitola druhá

Určování skupiny hydroxylové

A. Kvalitativní důkaz skupiny OH

I. Obecné reakce sloučenin obsahujících hydroxyl	
1. Reakce Čugajevova	285
2. Reakce s chloridem fosforečným	285
II. Reakce jednomocných alkoholů	
1. Alkoholy primární a sekundární	
a) Reakce s acetylchloridem	286
b) Reakce se sodíkem	286
c) Reakce xanthogenová	288
d) Reakce s fenylisokyanátem	289
2. Rozlišení alkoholů primárních a sekundárních	
a) Oxydace primárních a sekundárních alkoholů na aldehydy a ketony	290
b) Reakce nitrolová	291
3. Alkoholy terciární	
a) Reakce s kyselinou solnou nebo s acetylchloridem	293
b) Reakce Hellova-Urechova	294
c) Reakce Denigèsova	295
4. Rozlišení nasycených alkoholů primárních, sekundárních a terciárních	
Reakce Lucasova	295
III. Identifikace jednomocných alkoholů	
1. Příprava 3,5-dinitrobenzoanů a <i>p</i> -nitrobenzoanů	297
2. Příprava fenylurethanů a α -naftylurethanů	299
3. Příprava kyselin alkyl-3-nitroftalových	299
IV. Dělení jednomocných alkoholů primárních, sekundárních a terciárních vzájemně a od látek ostatních	300
V. Reakce vícemocných alkoholů	
1. Reakce se zředěnými kyselinami	303
2. Reakce s kyselinou boritou	304
VI. Reakce fenolů	
1. Reakce s chloridem železitým	305
2. Reakce Liebermannova	309

3. Reakce Millonova	309
4. Redukčně-oxydační reakce vícemocných fenolů	310
5. Reakce se solemi diazoniovými	310
6. Reakce fluoresceinová	311
7. Reakce s octanem olovnatým	312
8. Reakce třísková	312
VII. Identifikace fenolů a vícemocných alkoholů	
1. Příprava octanů	313
2. Příprava 2,4-dinitrofenyletherů	315
3. Příprava kyselin aryloxyoctových	316
VIII. Dělení fenolů od látek ostatních	317
IX. Reakce enolů	318
B. Kvantitativní stanovení skupiny OH	320
1. Stanovení hydroxylu acetylací acetanhydridem a pyridinem Metoda Verleyova a Bölsingova	320
2. Stanovení hydroxylu acetylací acetylchloridem a pyridinem Metoda Smithova a Bryantova	324
3. Stanovení enolického hydroxylu podle K. H. Meyera	326
Literatura	328

Kapitola třetí

Určování skupiny karbonylové

I. Obecné metody k určování skupiny karbonylové	
A. Kvalitativní důkaz skupiny CO	
1. Reakce s fenyldrazinem a jeho deriváty	331
2. Reakce s hydroxylaminem	333
3. Reakce se semikarbazidem	334
4. Barevné reakce sloučenin karbonylových	
a) Reakce Legalova-Bittóova	335
b) Reakce s meta-diaminy	335
B. Identifikace sloučenin karbonylových	336
C. Kvantitativní stanovení skupiny CO	
1. Přehled method	336
2. Stanovení skupiny karbonylové methodou hydroxylaminovou, upravenou J. Wankou, M. Jurečkem a F. Holánkem	342
D. Dělení látek obsahujících skupinu -CO- od látek ostatních	345
II. Speciální metody k určování aldehydů	
A. Kvalitativní důkaz aldehydů	
1. Reakce redukční	
a) Tvorba stříbrného zrcadla	346
b) Reakce Fehlingova	347

2. Reakce barevné	
a) Reakce s kyselinou fuksinsířičitou	347
b) Reakce s 1,4-dihydroxynaftalenem.....	348
3. Reakce bisulfitová	349
4. Reakce nitroxylová.....	350
5. Reakce s 5,5-dimethyldihydroresorcinem	351
B. Kvantitativní stanovení aldehydů	
Argentometrické stanovení aldehydů methodou Ponndorfovou	253
III. Určování methylketonů	
A. Kvalitativní důkaz methylketonů	
1. Oxydační odbourání jodnanem alkalickým (reakce jodoformová)...	356
2. Převedení na indigo	357
B. Kvantitativní stanovení methylketonů. Methoda Messingerova	358
IV. Určování α -hydroxyaldehydů a α -hydroxyketonů a zvláště monosacharidů	
A. Kvalitativní důkaz α -hydroxyaldehydů a α -hydroxyketonů	
1. Reakce Fehlingova	359
2. Tvorba fenylosazonů	360
3. Reakce Molischova na monosacharidy	361
B. Kvantitativní stanovení redukujících cukrů Fehlingovým roztokem	
1. Stanovení redukujících cukrů podle Bertranda	363
2. Stanovení redukujících cukrů podle Schoorla	364
3. Isolace redukujících cukrů z glykosidů	365
V. Určování pentos, methylpentos a aldehydokyselin.....	366
A. Kvalitativní důkaz pentos, methylpentos, kyseliny glukoronové a galakturonové	
1. Reakce pentos s floroglucinem podle Tollense a Wheelera	367
2. Reakce pentos s orcinem podle Neumanna	368
3. Reakce pentos s octanem anilinu podle Schiffa	368
4. Reakce methylpentos podle Votočka	369
5. Reakce na aldehydokyseliny s naftoresorcinem	369
B. Kvantitativní stanovení pentos, methylpentos a aldehydokyselin	
1. Stanovení pentos (methylpentos) a pentosanů (methylpentosanů) destilační methodou Krügerovou a Tollensovou.....	370
2. Dělení pentos a methylpentos podle Elletta	373
3. Bromometrické stanovení furalu v destilátu podle Powella a Whitackera.	374
4. Stanovení kyseliny glukuronové podle Lefèvrea	375
VI. Určování hexos	
A. Kvalitativní důkaz hexos	
1. Převedení hexos na kyselinu levulovou	377
2. Barevné reakce ketos	378