

6. Kvantitativní analýza	3
(J. Fogl, M. Suchánek, K. Volka)	
6.1 Kvantitativní spektrometrie.....	3
6.1.1 Absorpční spektrometrie.....	3
6.1.1.1 Aplikace v molekulové spektrometrii.....	9
6.1.1.2 Aplikace v atomové spektrometrii.....	12
6.1.2 Turbidimetrie a nefelometrie.....	15
6.1.3 Emisní spektrometrie.....	16
6.1.3.1 Atomová emisní spektrometrie.....	18
6.1.3.2 Plamenová fotometrie.....	20
6.1.3.3 Rentgenová fluorescenční analýza.....	21
6.1.3.4 Molekulová fluorescenční spektrofotometrie.....	22
6.2 Metody elektroanalytické.....	24
6.2.1 Základní pojmy a definice.....	25
6.2.2 Metody bez probíhající elektrodové reakce.....	29
6.2.2.1 Měření vodivosti.....	32
6.2.3 Metody s probíhající elektrodovou reakcí.....	33
6.2.3.1 Metody statické (za nulového proudu).....	33
6.2.3.2 Metody dynamické.....	40
6.3 Vážková analýza.....	71
6.3.1 Vlastností sraženin.....	72
6.3.2 Obecný postup vážkové analýzy.....	76
6.3.3 Přehled stanovení důležitých prvků a skupin.....	78
6.4 Odměrná analýza	85
6.4.1 Titrační křivka.....	85
6.4.1.1 Titrační křivky acidobázických titrací.....	89
6.4.1.2 Titrační křivky chelatometrických titrací.....	98
6.4.1.3 Titrační křivky srážecích titrací.....	100
6.4.1.4 Titrační křivky oxidačně-redukčních titrací.....	102
6.4.2 Indikace konce titrace.....	106
6.4.2.1 Vizualní indikace.....	106
6.4.2.2 Instrumentální indikace.....	114
6.4.3 Acidobázické titrace.....	125
6.4.3.1 Acidimetrie.....	125
6.4.3.2 Alkalimetrie.....	130
6.4.3.3 Acidobázické titrace v nevodných prostředích.....	133
6.4.4 Chelatometrie.....	134
6.4.5 Argentometrie.....	136
6.4.6 Oxidačně-redukční titrace.....	137
6.4.6.1 Manganometrie.....	137
6.4.6.2 Dichromatometrie.....	141
6.4.6.3 Bromatometrie.....	142
6.4.6.4 Jodometrie.....	144
6.4.6.5 Titanometrie.....	148
7. SEPARAČNÍ METODY	151
(M. Popl)	
7.1 Rozdělení separačních metod.....	151
7.2 Chromatografie.....	154
7.2.1 Princip chromatografické separace.....	154

7.2.2	Základní pojmy.....	157
7.2.3	Kinetika separačního procesu.....	159
7.2.3.1	Účinnost chromatografické kolony.....	159
7.2.3.2	Vztah mezi výškou patra a proměnnými separačního procesu.....	162
7.2.4	Termodynamika separačního procesu.....	166
7.2.4.1	Vliv objemu stacionární fáze.....	166
7.2.4.2	Vliv teploty.....	167
7.2.5	Rozlišení a optimalizace.....	168
7.3	Plynová chromatografie.....	170
7.3.1	Teorie GLC.....	170
7.3.2	Mobilní fáze - nosný plyn.....	171
7.3.3	Instrumentace v plynové chromatografii.....	173
7.3.3.1	Kolony.....	174
7.3.3.2	Detektory.....	176
7.3.4	Kinetika v plynové chromatografii.....	179
7.3.4.1	Náplňové kolony.....	179
7.3.4.2	Kapilární kolony.....	179
7.3.5	Vliv teploty v plynové chromatografii.....	181
7.3.6	Kvalitativní analýza.....	181
7.3.7	Kvantitativní analýza.....	183
7.4	Kapalinová chromatografie.....	184
7.4.1	Teorie LLC.....	184
7.4.1.1	Stacionární fáze.....	186
7.4.1.2	Mobilní fáze.....	187
7.4.1.3	Separované složky.....	188
7.4.2	Teorie LSC.....	189
7.4.2.1	Stacionární fáze.....	191
7.4.2.2	Mobilní fáze.....	192
7.4.2.3	Separované složky.....	193
7.4.3	Instrumentace pro vysokou účinnou kapalinovou chromatografii.....	193
7.4.3.1	Čerpadlo.....	193
7.4.3.2	Dávkování vzorku.....	194
7.4.3.3	Kolony.....	195
7.4.3.4	Detektory.....	195
7.4.4	Kinetika v kapalinové chromatografii.....	198
7.5	Ostatní chromatografické metody.....	199
7.5.1	Gelová permeační chromatografie (GPC).....	199
7.5.2	Iontová chromatografie (IEC).....	201
7.5.3	Chromatografie s mobilní fází v nadkritickém stavu (SFC).....	204
7.5.4	Chromatografie na tenké vrstvě (TLC).....	206
7.6	Metody elektromigrační.....	207
7.6.1	Elektroforéza.....	208
7.6.2	Kapilární elektroforéza.....	209
7.6.3	Izotachoforéza.....	210
7.7	Hmotnostní spektrometrie.....	212
7.7.1	Hmotnostní spektrometry.....	212
7.7.1.1	Chromatografický vstup hmotnostního spektrometru.....	217
7.7.2	Chromatogramy a hmotnostní spektra v technice GC-MS.....	218
7.7.2.1	Chromatogramy v technice GC-MS.....	218

7.7.2.2	Hmotnostní spektra v technice GC-MS.....	219
7.7.2.3	Fragmentografie a hmotnostní chromatogramy.....	220
7.7.3	Interpretace hmotnostních spekter.....	220
7.7.4	Aplikace hmotnostní spektrometrie.....	223

8. VYHODNOCOVÁNÍ ANALYTICKÝCH

DAT	224
(M. Suchánek)	

8.1	Základní pojmy.....	224
8.1.1	Dixonův test.....	229
8.1.2	Grubbsův test.....	230
8.2	Hodnocení závislosti mezi proměnnými.....	230
8.2.1	Kalibrační křivka.....	231
8.2.1.1	Testování rovnosti rozptylů.....	232
8.2.1.2	Vyhodnocení kalibrační závislosti.....	233
8.2.2	Metoda standardních přídavek.....	235

zabývat možnostmi využití absorpční a emisní spektrometrie a sice elektromagnetického záření: studování složek pro určení jejího obsahu v analyzované vzorku.

Bez ohledu na mechanismus vzniku analytického signálu jde u všech metod o stejný postup: nalezení vztahu mezi koncentrací hledané složky ve vzorku a vhodnou spektrální veličinou, tedy o nalezení kalibrační závislosti. Z těchto závislostí kalibrační závislosti pak určujeme obsah složky v analyzované vzorku. Pro analytické aplikace nemusí být zjištěná závislost obecně lineární, její průběh však musíme vyhodnotit pomocí vhodných matematicko-statistických metod.

Které vztahy korelace mezi koncentrací hledané složky budeme diskutovat odděleně pro absorpční a emisní metody, zde připomeneme, že kalibrační záření musíme provést se standardy: jejich složení (matrice) se musí co nejvíce blížit vzorku analyzovaného vzorku. Nedoopravení-li této záležitosti, vznikne systematická chyba. Vliv matrice dovoluje částečně nebo úplně eliminovat metodu standardních přídavek.

6.1.1 Absorpční spektrometrie

Je známo, že množství absorbovaného záření závisí na celkové počtu absorbujících částic, které interagují se vlnkami paprsků, a tedy také na tloušťce absorbujícího prostředí, kterým záření prochází.

Dovolíme-li homogenní absorbující prostředí, pak při záření I_0 vstupující do látky o tloušťce d vzniká vlnka, je po průchodu zeslabena $I = I_0 e^{-\epsilon c d}$ (viz obr. 6.1). Tok záření je definován jako rychlost přenosu energie $\Phi = I \cdot A$ (W).

Poznámka. Často se setkáváme také s pojmem intenzita ve významu synonyma k toku záření. Vznikl výrazem tloušťka paprku je podle současné normy IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry): Q (vlnkové číslo), ν , symboly in Physical Chemistry (1993) dvojitě označí se zářím a intenzitou záření, která je definována jako tok záření do jednotkové ploškové části, vysílání bodového zdroje: $I = \frac{d\Phi}{dA}$ (W m⁻²). nebo jde o intenzitu jako vlnkový tok paprku záření (angl. irradiance), a pak jde o tok záření dopadající na jednotkovou plochu $I = \frac{d\Phi}{dA}$ (W m⁻²).