

OBSAH

Predhovor (J. Majer)	11
Úvod	13
1. Všeobecná časť (J. Majer)	15
1.1. Uplatnenie metód analytickej chémie v Československom liekopise	17
1.2. Analytické reakce (Š. Kotrlý)	18
1.2.1. Termodynamická a kinetická kritéria analytického využitia chemických reakcií v roztocích	18
1.2.1.1. Aktivitní koeficienty	20
1.2.1.2. Přepočet hodnot rovnovážnych konstant	22
1.2.1.3. Výpočet úplnosti analytické reakce z hodnoty rovnovážné konstanty	22
1.2.1.4. Vlivy kinetiky analytických reakcií	23
1.2.2. Typy chemických rovnováh v roztocích	24
1.2.3. Protolytické rovnováhy	24
1.2.4. Komplexotvorné rovnováhy	26
1.2.4.1. Tvorná funkce a distribuční koeficienty	27
1.2.4.2. Podmíněné konstanty stability komplexů	28
1.2.5. Rozpouštěcí rovnováhy	30
1.2.5.1. Součin rozpustnosti	30
1.2.5.2. Podmíněný součin rozpustnosti	30
1.2.5.3. Výpočet rozpustnosti elektrolytu	32
1.2.6. Oxidačně-redukční rovnováhy	32
1.2.6.1. Rovnovážná konstanta oxidačně-redukční reakce	32
1.2.6.2. Elektromotorické napětí a redoxní potenciál	32
1.2.6.3. Podmíněný redoxní potenciál	33
1.2.6.4. Vliv pH	34
1.2.6.5. Vliv tvorby komplexů	34
1.2.6.6. Vliv srážecí reakce	35
1.2.7. Rozdělovací rovnováhy v soustavě kapalina – kapalina	35
1.2.7.1. Rozdělovací poměr a procentový výtěžek extrakce	36
1.2.7.2. Extrakční konstanta	36
1.2.8. Rovnováhy na měničích iontů	37
1.2.8.1. Selektivitní koeficient	37
1.2.8.2. Distribuční koeficient	37
1.2.9. Grafické znázorňování složení rovnovážných systémů v roztocích	38
1.2.9.1. Distribuční diagramy	38
1.2.9.2. Logaritmické diagramy rovnovážných koncentrací	40
1.2.9.3. Diagramy oblastí převažující existence	44
1.3. Odoberanie vzorky na analýzu a úprava vzorky do roztoku (J. Majer)	47
1.4. Selektivita, citlivosť a chyby analytickeho stanovení	47
2. Kvalitatívni analýza (R. Karlíček)	49
2.1. Předběžné zkoušky	51
2.1.1. Zkouška zahříváním v plameni za přístupu vzduchu	52
2.1.2. Zkouška s kyselinou sírovou	52
2.2. Selektivita a provedení analytických reakcií	52

2.3.	Analýza kationtů	53
2.3.1.	Skupinové reakce kationtů	53
2.3.1.1.	Reakce kyseliny chlorovodíkové	53
2.3.1.2.	Reakce kyseliny sírové	54
2.3.1.3.	Reakce sirovodíku v kyselém prostředí	54
2.3.1.4.	Reakce sulfidu amonného	54
2.3.1.5.	Reakce alkalického hydroxidu	55
2.3.1.6.	Reakce amoniaku	55
2.3.1.7.	Reakce jodidu	56
2.3.1.8.	Reakce hydrolytické	57
2.3.2.	Selektivní reakce kationtů	59
2.4.	Analýza aniontů	60
2.4.1.	Skupinové reakce aniontů	61
2.4.1.1.	Srážecí reakce barnatých iontů	61
2.4.1.2.	Srážecí reakce stříbrných iontů	61
2.4.1.3.	Oxidační reakce manganistanu	62
2.4.1.4.	Oxidační reakce jodu	62
2.4.1.5.	Redukční reakce jodidu	63
2.4.2.	Selektivní reakce aniontů	63
3.	Kvantitativní analýza	65
3.1.	Vázková analýza	67
3.1.1.	Princip a metodika vázkové analýzy	67
3.1.1.1.	Srážení	68
3.1.1.2.	Filtrace sraženin	68
3.1.1.3.	Promývání sraženin	68
3.1.1.4.	Zpracování sraženin	69
3.1.2.	Typy vázkových stanovení	69
3.1.3.	Výpočet vázkové analýzy	70
3.2.	Odměrná analýza	71
3.2.1.	Princip a metodika odměrné analýzy	71
3.2.2.	Odměrné roztoky	72
3.2.2.1.	Příprava odměrných roztoků	73
3.2.2.2.	Standardizace odměrných roztoků	73
3.2.3.	Indikace ekvivalenčního bodu	75
3.2.4.	Způsob provedení titrace	75
3.2.5.	Výpočet odměrného stanovení	75
3.2.6.	Acidobazické titrace	76
3.2.6.1.	Titrační křivky	76
3.2.6.2.	Acidobazické indikátory	77
3.2.6.3.	Volba indikátoru	79
3.2.6.4.	Alkalimetrie	79
3.2.6.5.	Acidimetrie	80
3.2.6.6.	Acidobazické titrace v nevodných prostředích	81
3.2.7.	Komplexometrické titrace	82
3.2.7.1.	Chelatometrie	82
3.2.7.2.	Indikátory chelatometrických titrací	82
3.2.7.3.	Provedení chelatometrických titrací	84
3.2.7.4.	Merkurimetrie	85
3.2.8.	Srážecí titrace	87
3.2.8.1.	Argentometrie	87
3.2.9.	Oxidoredukční titrace	88
3.2.9.1.	Titrační křivky	88
3.2.9.2.	Oxidoredukční indikátory	89
3.2.9.3.	Manganometrie	91
3.2.9.4.	Cerimetrie	92
3.2.9.5.	Dichromatometrie	92
3.2.9.6.	Bromatometrie	92
3.2.9.7.	Jodometrie	94
3.2.9.8.	Oxidimetrická jodometrická stanovení	94

3.2.9.9.	Reduktometrická jodometrická stanovení	94
3.2.9.10.	Akvametrie	95
3.2.9.11.	Titanometrie	95
4.	Organická analýza (D. Svobodová)	97
4.1.	Problematika organickej analýzy	99
4.2.	Terminologie	100
4.3.	Příprava vzorku k analýze	100
4.3.1.	Zkoušky na jednotnost	100
4.3.2.	Dělení směsi	101
4.3.3.	Volba analytické metody	101
4.4.	Kvalitativní analýza	102
4.4.1.	Charakterizace	102
4.4.1.1.	Předběžné zkoušky	102
4.4.1.2.	Určení fyzikálních konstant	104
4.4.1.3.	Rozpustnost	104
4.4.1.4.	Důkazy prvků	108
4.4.1.5.	Důkazy funkčních skupin	111
4.4.2.	Identifikace a určování struktury	112
4.4.2.1.	Směsná teplota tání	113
4.4.2.2.	Kvantitativní elementární analýza	113
4.4.2.3.	Identifikace spektrálními metodami	113
4.4.2.4.	Identifikace chromatografickými a elektromigračními metodami	114
4.4.2.5.	Identifikace pomocí teploty tání derivátů	115
4.4.2.6.	Chemická degradace	116
4.5.	Derivatizace	117
4.5.1.	Derivatizace pro separační a preparativní účely	118
4.5.2.	Příprava derivátů charakteristicky absorbujících světlo	119
4.5.3.	Derivatizace pro identifikační a strukturně analytické účely	133
4.6.	Kvantitativní analýza	138
4.6.1.	Vázková analýza	138
4.6.2.	Odměrná analýza	138
4.6.3.	Kvantitativní elementární analýza	139
4.6.3.1.	Stanovení uhlíku a vodíku	140
4.6.3.2.	Stanovení dusíku	142
4.6.3.3.	Stanovení halogenů a síry	142
4.6.3.4.	Stanovení kyslíku	143
4.6.3.5.	Automatické analyzátory	144
4.6.4.	Instrumentální analytické metody	146
4.7.	Stopová analýza	146
5.	Optické metody (P. Schiller, V. Kettman)	149
5.1.	Analytické metody založené na emisii žiarenia	151
5.1.1.	<u>Plameňová fotometria</u>	155
5.1.1.1.	Prístroje na plameňovú fotometriu	155
5.1.1.2.	Aplikácia metódy v analytike	157
5.1.2.	<u>Emisná spektrografia</u>	157
5.1.2.1.	Prístroje na emisnú spektrografiu	158
5.1.2.2.	Aplikácia metódy v analytike	158
5.1.3.	<u>Spektrálna analýza v oblasti röntgenových spektier</u>	159
5.1.3.1.	Prístroje na röntgenovú spektrálnu analýzu	159
5.1.3.2.	Aplikácia metódy v analytike	160
5.1.4.	<u>Fluorescenčná analýza</u>	162
5.1.4.1.	Prístroje na fluorescenčnú analýzu	164
5.1.4.2.	Aplikácia metódy v analytike	165
5.1.5.	Optická emisná spektroskopia s laserovými a plazmovými zdrojmi	166
5.1.5.1.	Metóda ICP	166
5.1.5.2.	Prístroje na optickú emisnú spektroskopiu	167
5.1.5.3.	Aplikácia metódy v analytike	168
5.1.5.4.	Laserový výboj ako zdroj v emisnej spektrálnej analýze	169

5.1.5.5.	Prístroje na laserovú mikroanalýzu	170
5.1.5.6.	Aplikácia metódy v analytike	170
5.2.	Analytické metódy založené na absorpcii žiarenia	170
5.2.1.	<u>Atómová absorpčná spektrofotometria</u>	172
5.2.1.1.	Absorpčné prostredie	173
5.2.1.2.	Prístroje na atómovú absorpčnú spektrofotometriu	174
5.2.1.3.	Aplikácia metódy v analytike	175
5.2.2.	<u>Molekulová absorpčná spektroskopia</u>	176
5.2.2.1.	<u>Absorpčná spektrálna analýza v oblasti elektrónových spektier (ultrafialovej a viditeľnej)</u>	179
5.2.2.1.1.	Typy elektrónových prechodov	179
5.2.2.1.2.	Prístroje na absorpčnú spektrálnu analýzu	180
5.2.2.1.3.	Spektrofotometria	181
5.2.2.1.4.	Fotometria	184
5.2.2.1.5.	Kolorimetria	186
5.2.2.1.6.	Aplikácia metód v analytike	187
5.2.2.1.7.	Kvantitatívna analýza	187
5.2.2.1.8.	Metóda analytickej krivky	188
5.2.2.1.9.	Fotometrická titrácia	192
5.2.2.1.10.	Spektrofotometrické štúdium komplexných iónov	194
5.2.2.2.	<u>Infračervená spektroskopia</u>	196
5.2.2.2.1.	Stupne voľnosti molekuly	197
5.2.2.2.2.	Vibrácia dvojatómovej molekuly	197
5.2.2.2.3.	Normálne vibrácie viacatómovej molekuly	200
5.2.2.2.4.	Prístroje na IČ – spektroskopiú	202
5.2.2.2.5.	Skupenstvo analyzovanej vzorky a jej príprava na analýzu	203
5.2.2.2.6.	Interpretácia IČ – spektier	204
5.2.2.2.7.	Aplikácia metódy v analytike	206
5.3.	Analytické metódy založené na pôsobení magnetického poľa (magnetometrické metódy)	211
5.3.1.	Nukleárna magnetická rezonančná spektroskopia	211
5.3.1.1.	Prístroje na NMR – spektroskopiú	213
5.3.1.2.	Aplikácia metódy v analytike	214
5.3.2.	Elektrónová paramagnetická rezonančná spektroskopia	215
5.3.3.	Hmotnostná spektroskopia	215
5.3.3.1.	Aplikácia metódy v analytike	217
5.3.4.	Použitie laserov v absorpčnej a rezonančnej spektroskopii	217
5.4.	Metódy založené na zmene smeru, rýchlosti a optickej otáčavosti žiarenia	219
5.4.1.	Nefelometria a turbidimetria	219
5.4.1.1.	Aplikácia metódy v analytike	220
5.4.2.	Polarimetria	221
5.4.2.1.	Prístroje na polarimetriu	221
5.4.2.2.	Aplikácia metódy v analytike	222
5.4.3.	Refraktometria	222
5.4.3.1.	Prístroje na refraktometriu	223
5.4.3.2.	Aplikácia metódy v analytike	224
6.	Separáčnı analytické metódy (V. Jokl)	229
6.1.	Extrakce z kapaliny do kapaliny	229
6.1.1.	Základnı pojmy	229
6.1.2.	Vlastnosti látok a rozdeľovací poměr	231
6.1.3.	Technika a príklady aplikací	232
6.2.	Chromatografie	233
6.2.1.	Klasifikace chromatografických metod	234
6.2.1.1.	Separáčnı mechanizmy v chromatografii	235
6.2.1.2.	Adsorpčnı chromatografie	236
6.2.1.3.	Rozdeľovací chromatografie	237
6.2.1.4.	Iontové výmenná chromatografie	238
6.2.1.5.	Gélová chromatografie	240
6.2.2.	Principy kolonové chromatografie	241
6.2.2.1.	Elučnı parametry	241

6.2.2.2.	Dělicí účinnost kolony	243
6.2.2.3.	Selektivita kolony	244
6.2.2.4.	Kvalitativní analýza	246
6.2.2.5.	Kvantitativní analýza	246
6.2.3.	Kapalinová kolonová chromatografie	247
6.2.3.1.	Kapalinový chromatograf	247
6.2.3.2.	Systémy fází pro kapalinovou chromatografii	248
6.2.3.3.	Izokratická a gradientová eluce	250
6.2.3.4.	Detektory v kapalinové chromatografii	251
6.2.3.5.	Příklady aplikací kapalinové chromatografie	252
6.2.4.	Plynová chromatografie	254
6.2.4.1.	Plynový chromatograf	254
6.2.4.2.	Systémy fází v plynové chromatografii	255
6.2.4.3.	Tepelný režim plynové chromatografie	255
6.2.4.4.	Detektory v plynové chromatografii	255
6.2.4.5.	Retenční indexy	257
6.2.4.6.	Příklady aplikací plynové chromatografie	257
6.2.5.	Planární chromatografie	257
6.2.5.1.	Chromatografie na tenké vrstvě (TLC)	258
6.2.5.1.1.	Pracovní postup TLC	258
6.2.5.1.2.	Eluční parametry v TLC	260
6.2.5.1.3.	Kvalitativní analýza	260
6.2.5.1.4.	Kvantitativní analýza	261
6.2.5.2.	Chromatografie na papíře (PC)	261
6.2.5.3.	Zhodnocení a příklady aplikací planární chromatografie	262
6.3.	Elektroforéza	263
6.3.1.	Elektroforetická pohyblivost	263
6.3.2.	Zónová elektroforéza (ZE)	265
6.3.2.1.	Elektroforéza v nosiči	266
6.3.2.2.	Elektroforéza v gélu	267
6.3.3.	Izoelektrická fokusace (IEF)	268
6.3.4.	Izotachoforéza (ITP)	269
6.3.4.1.	Izotachoforetický děj	269
6.3.4.2.	Vlastnosti systému v ustáleném stavu	270
6.3.4.3.	Zařízení pro izotachoforézu	272
6.3.4.4.	Operační systémy elektrolytů	273
6.3.4.5.	Kvalitativní analýza	273
6.3.4.6.	Kvantitativní analýza	274
6.3.4.7.	Aplikace metody v analytice	276
7.	Elektroanalytické metody (V. Jokl)	279
7.1.	Potenciometrie	279
7.1.1.	Základy potenciometrie	280
7.1.1.1.	Elektrodový potenciál	280
7.1.1.2.	Elektrody používané v potenciometrii	282
7.1.1.2.1.	Indikační elektrody	282
7.1.1.2.2.	Porovnávací elektrody	284
7.1.1.3.	Měření elektromotorického napětí	285
7.1.2.	Přímá potenciometrie	286
7.1.2.1.	Měření pH	286
7.1.2.2.	Určování koncentrace iontově selektivními a enzymovými elektrodami	287
7.1.3.	Potenciometrické titrace	288
7.1.3.1.	Titrační křivky	288
7.1.3.2.	Zařízení a automatizace	290
7.1.3.3.	Volba elektrodového systému	290
7.2.	Metody založené na polarizaci elektrod	292
7.2.1.	Polarografie	292
7.2.1.1.	Děje na rtuťové kapkové elektrodě	292
7.2.1.2.	Zařízení pro polarografickou analýzu	295
7.2.1.3.	Kvalitativní a kvantitativní analýza	295

7.2.1.4.	Polarografické techniky se zvýšenou citlivostí	297
7.2.2.	Ampérometrické titrace	298
7.2.2.1.	Polarometrické titrace	298
7.2.2.2.	Biampérometrické titrace	299
7.3.	Elektrogravimetrie a coulometrie	301
7.4.	Konduktometrie	302
7.4.1.	Přímá konduktometrie	304
7.4.2.	Konduktometrické titrace	305
7.4.2.1.	Acidobazické titrace	306
7.4.2.2.	Komplexometrické a srážecí titrace	308
8.	Nukleární analytické metody (P. Schiller)	311
8.1.	Metody založené na přírodní radioaktivitě	311
8.2.1.	Izotopová zředovací analýza	315
8.2.1.1.	Aplikácia metody v analytice	316
8.2.2.	Rádioimunoanalýza	316
8.2.2.1.	Aplikácia metody v analytice	319
8.2.3.	Rádiochromatografické metody	319
8.2.4.	Rádiometrické titrace	322
8.2.4.1.	Aplikácia metody v analytice	322
8.2.5.	Rádioreagenční metody	322
8.3.	Aktivační analýza	323
8.3.1.	Aplikácia metody v analytice	325
8.4.	Neaktivační interakční analýza	326
8.4.1.	Prístroje na neaktivační interakční analýzu	327
8.4.2.	Betarozptylová a absorpční analýza	328
8.4.2.1.	Aplikácia metody v analytice	329
8.4.3.	Röntgenfluorescenční analýza	331
9.	Metody strukturní analýzy (F. Pavelčík)	335
9.1.	Rentgenové záření	336
9.2.	Krystalický stav	336
9.3.	Difrakce monochromatického rtg. záření	338
9.4.	Fázová analýza	340
9.5.	Strukturní analýza	341
9.5.1.	Pattersonova funkce	342
9.5.2.	Přímé metody	342
9.5.3.	Zpřesnění struktury	343
9.6.	Využití strukturních dat	343
9.7.	Příklad aplikace metody strukturní analýzy	345
10.	Automatizované systémy analýzy (R. Karlíček)	349
10.1.	Zpracování analytických výsledků	349
10.1.1.	Počítání s přibližnými čísly	349
10.1.2.	Matematicko-statistické zpracování	349
10.1.3.	Uvádění výsledků analýzy	351
10.1.4.	Hodnocení analytických metod	352
10.2.	Automatizace analytických postupů	352
10.2.1.	Požadavky na analytickou kontrolu	352
10.2.2.	Automatické analyzátory	353
10.2.2.1.	Diskrétní analyzátory	353
10.2.2.2.	Odstředivkové analyzátory	353
10.2.2.3.	Průtokové analyzátory	354
10.2.3.	Aplikace analyzátorů	354
10.3.	Výpočetní technika v analytické chemii	354
10.3.1.	Způsoby zpracování dat	355
10.3.2.	Využití výpočetní techniky	355
Literatúra	357
Register	358