

OBSAH

1 Úvod – význam, cíle a potřeby současné analytické chemie	15
<i>Prof. Ing. Jaroslav Churáček, DrSc., VŠCHT, Pardubice</i>	
1.1 Některé nové směry vývoje	16
1.2 Literatura	21
2 Současné vývojové směry v analytické chemii	22
<i>Prof. Ing. Jaroslav Janák, DrSc., člen koresp. ČSAV, Ústav analytické chemie ČSAV, Brno</i>	
2.1 Vymezení oboru	22
2.2 Charakterizace vývoje a náplně oboru	24
2.3 Charakterizace těžisek analytického výzkumu podle metodického kritéria	27
2.3.1 Analytická spektrometrie	27
2.3.2 Analytická separace látek	30
2.3.3 Elektroanalytická chemie	32
2.3.4 Nukleární analytická chemie	32
2.3.5 Roztoková analýza	33
2.3.6 Analytická instrumentace a chemometrie	33
2.4 Charakteristika cílů a optimální metodologie problémových směrů analytického výzkumu	33
2.4.1 Stopová až ultrastopová analýza	34
2.4.2 Analýza vysokých obsahů	34
2.4.3 Selektivní analýza vícesložkových směsí	35
2.4.4 Lokální analýza	35
2.4.5 Strukturní analýza	35
2.5 Hlavní oblasti analytického výzkumu u nás	36
2.6 Literatura	36
3 Odběry vzorků a jejich příprava k analýze – koncentrační techniky	38
<i>Prof. Ing. Jaroslav Churáček, DrSc., VŠCHT, Pardubice</i>	
3.1 Úvod	38
3.2 Obecná kritéria pro odebrání vzorků	40
3.3 Některé zásady odběru vzorků emisí a imisí	40
3.3.1 Aerosoly	40
3.3.2 Plyny a páry	41
3.4 Obohacovací postupy a úprava vzorků	41
3.4.1 Extrakce složek z plynných a kapalných vzorků	42
3.4.2 Zkoncentrování složek z plynných a kapalných vzorků s využitím chemické reakce	52

3.4.3 Vymrazovací (kryogenní) techniky využívané při analýze ovzduší	52
3.5 Literatura	53
4 Zpracování analogových signálů z čidel v analytické chemii	54
<i>Doc. dr. Robert Kalvoda, Dr.Sc., Ústav fyzikální chemie a elektrochemie J. Heyrovského ČSAV, Praha</i>	
4.1 Úvod	54
4.2 Obecné úvahy o blokovém schématu měřicího záření	55
4.2.1 Detekční člen	55
4.2.2 Člen pro zpracování signálu z čidla	58
4.2.3 Člen pro vyhodnocení elektrické veličiny (vyhodnocovací člen)	59
4.3 Zpracování analogových signálů	61
4.3.1 Základní zapojení operačního zesilovače	61
4.3.1.1 Proudový sledovač	63
4.3.1.2 Zesilovače napětí – invertující zapojení	63
4.3.1.3 Zesilovače napětí – neinvertující zapojení	64
4.3.1.4 Diferenciální (rozdílový) zesilovač	65
4.3.1.5 Sčítací a komparační obvody	65
4.3.1.6 Integroační obvod	67
4.3.1.7 Derivační obvod	68
4.3.2 Příklady použití operačních zesilovačů v chemické instrumentaci	68
4.3.2.1 Automatické potenciometrické titrace	69
4.3.2.2 Elektrolyza při kontrolování potenciálu – potenciostat	70
4.3.2.3 Polarografická měření	71
4.3.2.4 Jednoduchý model dvojelektrodeového polarografu	72
4.3.3 Zpracování napěťových a proudových signálů převodníkem napětí – číslo	72
4.4 Integrovaná a inteligentní čidla	74
4.5 Vývojové trendy	75
4.6 Literatura	75
5 Moderní polarografické metody v chemické analýze	76
<i>Dr. Miloslav Kopenica, CSc., Ústav fyzikální chemie a elektrochemie J. Heyrovského ČSAV, Praha</i>	
5.1 Úvod	76
5.2 Kapacitní proud	76
5.2.1 Eliminace kapacitního proudu	77
5.3 Pulsní polarografické metody	79
5.3.1 Normální pulsní polarografie NPP	79
5.3.2 Diferenční pulsní polarografie DPP	80
5.3.3 Modifikace pulsních metod	85
5.3.4 Rychlá diferenční pulsní polarografie se rtuťovou kapkovou elektrodou	86
5.3.5 Pulsní voltametrie	87
5.3.6 Typy mechanismů elektrodoových dějů a jejich vliv na pulsní polarografické stanovení	87
5.3.6.1 Předřazená reakce	87
5.3.6.2 Následné reakce	88
5.3.6.3 Regenerativní mechanismus	89
5.3.6.4 Adsorpční děje	90
5.4 Elektrochemická rozpouštěcí analýza	91
5.4.1 Elektrody	93
5.5 Polarografická instrumentace	95

5.6 Analytické využití	95
5.6.1 Stanovení anorganických látek	96
5.6.2 Stanovení organických látek	97
5.6.3 Polarografické a voltametrické detektory	98
5.7 Literatura	99
6 Analytická kapilární elektroforéza	100
<i>RNDr. Petr Boček, Dr.Sc., Ústav analytické chemie ČSAV, Brno</i>	
6.1 Úvod	100
6.2 Teoretické základy	101
6.2.1 Silné elektrolyty	101
6.2.2 Slabé elektrolyty	105
6.2.3 Souvislost přenosu hmoty s elektrickým proudem	108
6.2.4 Rovnice pohyblivého rozhraní	109
6.2.5 Kohlrauschova regulační funkce	111
6.2.6 Samoazostřující efekt, ustálené rozhraní a difúzní rozhraní	116
6.3 Praktické aspekty analytické kapilární elektroforézy	117
6.3.1 Úvod	117
6.3.2 Jouleovo teplo	118
6.3.3 Elektroosmóza	119
6.3.4 Difúze	121
6.3.5 Gravitace	121
6.3.6 Adsorpce v kapilární elektroforéze	122
6.4 Kapilární zónová elektroforéza	123
6.4.1 Základní popis metody	122
6.4.2 Instrumentace	127
6.4.3 Kvalitativní a kvantitativní analýza	129
6.4.4 Aplikace	130
6.5 Analytická kapilární izotachofóreza	131
6.5.1 Základní popis metody	131
6.5.2 Instrumentace	133
6.5.3 Kvalitativní a kvantitativní analýza	135
6.5.4 Aplikace	139
6.6 Literatura	143
7 Současné směry využití iontově selektivních elektrod v analýze organických látek	146
<i>Prof. Ing. Karel Vytřas, Dr.Sc., VŠCHT, Pardubice</i>	
7.1 Úvod	146
7.2 Stanovení prvků v organických látkách	146
7.3 Stanovení organických látek na základě reakcí jejich funkčních skupin	147
7.4 Potenciometrické biosenzory	149
7.5 Literatura	149
8 Principy a teorie chromatografie	151
<i>Ing. Josef Novák, Dr.Sc., Ústav analytické chemie ČSAV, Brno</i>	
8.1 Základní pojmy	151
8.2 Klasifikace chromatografických systémů a postupů	152
8.2.1 Skupenství koexistujících fází	152
8.2.2 Fyzické uspořádání systému a způsob provedení chromatografického pokusu	153
8.2.3 Způsob vyvíjení chromatogramu	153

8.2.3.1	Frontální chromatografie	153
8.2.3.2	Eluční chromatografie	154
8.2.3.3	Vytěšňovací chromatografie	155
8.2.4	Mechanismus distribuce chromatografované látky mezi fáze systému	156
8.3	Přehled vývoje chromatografie	157
8.4	Teoretické modely chromatografie	157
8.5	Popis modelů lineární chromatografie s nestlačitelnou mobilní fází	158
8.5.1	Lineární neideální nerovnovážná chromatografie	158
8.5.2	Lineární neideální kvazirůvnovážná chromatografie	163
8.5.3	Lineární ideální chromatografie	164
8.6	Zjednodušený popis lineární neideální chromatografie	165
8.6.1	Retenční rovnice	165
8.6.2	Rozmývání chromatografické zóny	167
8.6.2.1	Neuniformita toku mobilní fáze (A)	168
8.6.2.2	Podélná difúze solutu v mobilní fázi (B_M)	168
8.6.2.3	Podélná difúze solutu ve stacionární fázi (B_S)	169
8.6.2.4	Nerovnováha v důsledku konečných rychlostí adsorpce a desorpce solutu při chromatografii v systémech s tuhým sorbentem ($C_{S,d}$)	169
8.6.2.5	Nerovnováha v důsledku konečné rychlosti laterální difúze solutu filmem kapalného sorbentu (C_S)	170
8.6.2.6	Nerovnováha v důsledku konečné rychlosti laterální difúze solutu v mezičásticové (proudící) mobilní fázi (C_M)	171
8.6.2.7	Nerovnováha v důsledku konečné rychlosti difúze solutu v mobilní (stagnantní) fázi v pórech částic (C_M^*) a v kapalném sorbentu v pórech částic (C_S^*) chromatografické lože	171
8.6.2.8	Kombinace dílčích rozptylů	172
8.6.3	Představa teoretického patra	174
8.7	Tok mobilní fáze	178
8.8	Sorpční rovnováha a distribuční konstanta	180
8.8.1	Problém sorpční rovnováhy v migrující chromatografické eluční zóně	180
8.8.2	Vztahy mezi chromatografickou distribuční konstantou s termodynamickými vlastnostmi chromatografického systému	181
8.8.3	Závislost standardní diferenciální molární sorpční Gibbsovy funkce a chromatografické distribuční konstanty na teplotě a tlaku	185
8.9	Chromatografické rozlišení	187
8.10	Vývoj teorii chromatografie	190
8.11	Literatura	191
9	Teorie kolonové kapalinové chromatografie v systémech s obrácenými fázemi	192
<i>Prof. Ing. Pavel Jandera, DrSc., VŠCHT, Pardubice</i>		
9.1	Podstata a obecná charakteristika metody	192
9.2	Stacionární fáze a sorbenty	193
9.2.1	Stacionární fáze chemicky vázané či imobilizované na anorganických nosičích	193
9.2.2	Uhlík jako stacionární fáze	199
9.2.3	Stacionární fáze typu organických polymerů	200
9.3	Mechanismus retence a teoretické modely	200
9.4	Vliv experimentálních podmínek na retenci	204
9.4.1	Vliv teploty	204
9.4.2	Vliv složení binárních a vicesložkových mobilních fází	205
9.4.3	Gradientová eluce	210

9.4.4	Ovlivnění retence přísadami k mobilním fázím	211
9.5	Vliv struktury solutu na retenci	213
9.5.1	Látky v homologických a oligomerních řadách	213
9.5.2	Korelace retenčních dat se strukturními parametry solutů	215
9.5.3	Kalibrace stupnice retence a selektivity	217
9.6	Literatura	219
10	Pokroky v instrumentaci kapalinové chromatografie	223
<i>Prof. Ing. Pavel Jandera, DrSc., VŠCHT, Pardubice</i>		
10.1	Úvod	223
10.2	Jednotlivé prvky a součásti kapalinového chromatografu	224
10.2.1	Čerpadla mobilní fáze	226
10.2.2	Systémy pro tvorbu gradientu mobilní fáze	227
10.2.3	Zařízení pro dávkování vzorků	228
10.2.4	Chromatografické kolony a jejich náplně	230
10.2.5	Detektory	233
10.2.6	Zařízení pro zpracování dat	241
10.3	Některé trendy ve vývoji instrumentace pro vysokoúčinnou kapalinovou chromatografii	243
10.3.1	Automatizace	243
10.3.2	Optimalizace podmínek separace	244
10.3.3	Miniaturizace v kapalinové chromatografii	248
10.3.4	Přímé spojení kapalinové chromatografie s jinými technikami	249
10.4	Literatura	254
11	Kapalinová chromatografie s kolonami malých průměrů	256
<i>Ing. Miloš Krejčí, DrSc., Ústav analytické chemie ČSAV, Brno</i>		
11.1	Role miniaturizace v kapalinové chromatografii	256
11.2	Třídění kolon malých průměrů	258
11.3	Vliv průměru kolony na základní chromatografické parametry	258
11.4	Rychlost mobilní fáze	260
11.5	Retenční objem	261
11.6.1	Mikrokolony	262
11.6.2	Kapilární kolony	264
11.7	Mimokolonové prostory	266
11.8	Objem dávkovaného vzorku	267
11.9	Detektory vhodné pro mikrokolonovou chromatografii	273
11.10	Stopová analýza mikrokolonovou kapalinovou chromatografií	275
11.11	Závěr	279
11.12	Literatura	279
12	Pokroky v přípravě skleněných a křemenných kapilárních kolon pro plynou chromatografii	281
<i>Doc. Ing. Karel Komárek, CSc., VŠCHT, Pardubice</i>		
12.1	Materiál na výrobu kolon a způsob tažení kapilár	281
12.2	Vlastnosti vnitřního povrchu kapilár, jeho úprava a nanášení stacionární fáze	283
12.3	Kolony s imobilizovanými stacionárními fázemi	284
12.4	Literatura	285

13 Field-flow frakcionace	286
<i>Ing. Josef Janča, DrSc., Ústav analytické chemie ČSAV, Brno</i>	
13.1 Úvod	286
13.2 Klasifikace metod a technik FFF	286
13.3 Principy klasické a fokusační FFF	287
13.4 Teoretické základy FFF	289
13.4.1 Retence v klasických metodách FFF	289
13.4.2 Retence ve fokusačních metodách FFF	291
13.4.3 Disperze v klasických metodách FFF	295
13.4.4 Disperze ve fokusačních metodách FFF	296
13.5 Rozsah použití FFF	297
13.6 Techniky FFF	299
13.6.1 Techniky klasické FFF	299
13.6.2 Techniky fokusační FFF	305
13.7 Přístrojová technika pro FFF	307
13.8 Metodologie FFF	307
13.9 Praktické použití metod a technik FFF	309
13.10 Správnost, přesnost, opakovatelnost, reprodukovatelnost	310
13.11 Srovnání FFF a příbuzných metod	311
13.12 Perspektivy budoucího rozvoje FFF	312
13.13 Literatura	312
14 Hmotnostní spektrometrie s chemickou ionizací a její využití pro analýzu organických látek	314
<i>Ing. Aleš Horna, CSc., Výzkumný ústav průmyslové chemie, Pardubice-Semin</i>	
14.1 Úvod	314
14.2 Teoretické základy chemické ionizace	315
14.2.1 Iontové molekulové reakce	315
14.2.2 Termodynamické vlastnosti iontů	317
14.2.3 Systémy reakčních plynů	320
14.2.4 Citlivost v chemické ionizaci	323
14.3 Instrumentace v hmotnostní spektrometrii s chemickou ionizací	323
14.3.1 Iontový zdroj	323
14.3.2 Spojení plynové chromatografie a hmotnostní spektrometrie	325
14.3.3 Spojení kapalinové chromatografie a hmotnostní spektrometrie	325
14.4 Hmotnostní spektra některých nejdůležitějších skupin organických látek vyvolaná chemickou ionizací	327
14.5 Vybrané příklady využití chemické ionizace pro analýzu organických látek	334
14.5.1 Stopová organická analýza	334
14.5.2 Strukturní organická analýza	334
14.5.3 Analýza polymerů	336
14.6 Literatura	337
15 Aplikace moderních chromatografických a elektromigračních metod v biochemické analýze	339
<i>Doc. Dr. Zdeněk Deyl, DrSc., Fyziologický ústav ČSAV, Praha 4</i>	
15.1 Úvod	339
15.2 Příprava vzorku	339
15.3 Analýza nízkomolekulárních látek	341
15.3.1 Obecné chromatografické postupy	341

15.3.2 Víceúčelové kapalinové chromatografie	341
15.3.3 Jednoúčelové chromatografie	343
15.4 Analýza biopolymerů	346
15.4.1 Chromatografické techniky	346
15.4.1.1 Obrácené fáze a hydrofobní chromatografie	347
15.4.1.2 Iontové párová chromatografie	348
15.4.1.3 Bioafinitní chromatografie	348
15.4.2 Elektromigrační techniky	349
15.5 Dělení opticky aktivních látek	352
15.6 Identifikace látek ve vzorcích biologického materiálu	354
15.7 Metabolické profilování	357
15.7.1 Profilování za použití plynové chromatografie	357
15.7.1.1 Kombinace GC-datasystém	358
15.7.1.2 Kombinace GC-MS-datasystém	360
15.7.2 Profilování za použití planární chromatografie	361
15.7.3 Profilování za použití sloupcové kapalinové chromatografie	362
15.7.4 Profilování za použití elektroforézy	363
15.8 Literatura	364

16 Některé důležité aspekty strategie volby analytické metodiky a optimalizace analytických postupů	366
<i>Prof. Ing. Jaroslav Churáček, DrSc., VŠCHT, Pardubice</i>	
16.1 Úvod	366
16.2 Strategie volby analytické metodiky	366
16.2.1 Kritéria optimalizace	367
16.3 Optimalizace analytické metodiky – obecný přístup	372
16.3.1 Optimalizace analytické metodiky – příklad	373
16.4 Literatura	376

Současné změny v celém národním hospodářství dávají za pravdu těm názorům, které tvrdí, že jediné důležitou, průmyslovou a na vysoké technické úrovni prováděnou kontrolou výroby je možno dosáhnouti požadovaných výsledků vysoké kvality, vysoké produktivity práce a dobré konkurenceschopnosti na světových trzích.

Dnešní analytická chemie je samostatná vědní disciplína, pojednávající jak kvalitativních, tak i kvantitativních aspektech analýzy látek. Je to spikování vědy, jež se zabývá obecnými studiem dějů, jichž lze v analýze využít, a dále sledováním příčinných souvislostí mezi složením látek a jejich vlastnostmi. Dává přitom poznatky nejen chemie, zvláště fyzikální, ale i fyziky, matematiky, elektroniky, kybernetiky, biologie, informatiky a v neposlední řadě i výpočetní techniky.

Hospodářstvené zcestné a nanejvýše škodlivé se jeví v tomto světě právě ty případy, které přiřazují analytickou chemii k jednotlivým technologiím a odtrhávají ji od základních problémů, které je třeba v rámci samostatné vědní disciplíny řešit. Přitom o studium základních otázek analytické chemie, jako je vztah mezi strukturou a složením látek a jejich vlastnostmi a spousta metodik pro jejich identifikaci či stanovení, zjišťování citlivosti