



Příprava a vlastnosti dusičnanů a hydroxidů prvků vzácných zemin

Bakalářská práce

Studijní program: B1407 – Chemie
Studijní obory: 7401R014 – Tělesná výchova se zaměřením na vzdělávání
7504R009 – Chemie se zaměřením na vzdělávání

Autor práce: **Matěj Chvála**
Vedoucí práce: Mgr. Martin Slavík, Ph.D.



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Matěj Chvála**
Osobní číslo: **P14000172**
Studijní program: **B1407 Chemie**
Studijní obory: **Tělesná výchova se zaměřením na vzdělávání**
Chemie se zaměřením na vzdělávání
Název tématu: **Příprava a vlastnosti dusičnanů a hydroxidů prvků vzácných
zemín**
Zadávací katedra: **Katedra chemie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Připravit min. 5 sloučenin prvků vzácných zemín a dokumentovat způsob jejich přípravy.
2. Změřit jejich UV/VIS, IR, Ramanova spektra, popř. další vlastnosti.
3. Provést a vyhodnotit termogravimetrickou analýzu sloučenin.
4. Získaná data publikovat.

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

- **Skoog D.A., Holler F.J., Crouch S.R.: Principles of Instrumental Analysis, Sixth Edition, Brooks/Cole, 2007, ISBN 978-0-495-01201-6.**
- **Reaxys, Online Chemical Data. Elsevier [online]. [vid. 29. duben 2016]. Dostupné z: <https://www.elsevier.com/solutions/reaxys>**

Vedoucí bakalářské práce: **Mgr. Martin Slavík, Ph.D.**

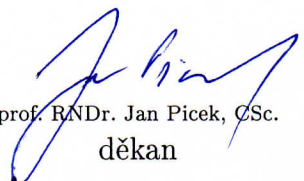
Katedra chemie

Konzultant bakalářské práce: **Ing. Martin Stuchlík**


Katedra chemie

Datum zadání bakalářské práce: **29. dubna 2016**

Termín odevzdání bakalářské práce: **3. května 2017**


prof. RNDr. Jan Pícek, CSc.
děkan

L.S.


prof. Ing. Josef Šedlbauer, Ph.D.
vedoucí katedry

V Liberci dne 29. dubna 2016

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum: 24.5.2017

Podpis: 

Poděkování

Můj dík patří níže jmenovaným osobám, za osvětlení principů a mechanismů odborných analýz a za čas, který tomu věnovali.

Ing. Luboš Běhálek, Ph.D. (DSC)

Ing. Martin Stuchlík TGA, (Raman)

Ing. Jana Müllerová, Ph.D. (IČ, Raman)

Doc. RNDr. Bohuslav Strauch, , CSc. (Interpretace spekter)

Anotace

Tato práce se zabývá problematikou přístupnosti a publikace kvalitních dat, týkajících se vlastností chemických sloučenin. Taková otevřená data daleko lépe slouží jak vědeckým, tak výukovým účelům. V práci je popsána příprava: 1) hydrátů dusičnanu ceritého, erbitého, gadolinitého, lanthanitého, neodymitého a 2) hydroxidů ceritého, erbitého, gadolinitého, lanthanitého a neodymitého. Práce obsahuje infračervená spektra dusičnanů a původních oxidů, ze kterých byly dusičnany připravovány, Ramanova spektra dusičnanů, hydroxidů a oxidů. V práci naleznete i TGA a DSC analýzy zmíněných hydrátů. Všechna spektra byla publikována v databázi Chemspider.com ve formátu JDX. Tím byl zajištěn volný přístup k datům, včetně metadat s možností interaktivní manipulace.

Klíčová slova: Lanthanoidy, dusičnany, hydroxidy, oxidy, Raman, IČ, UV/VIS, spektra, TGA, DSC, otevřená data, Chemspider.

Summary

This work deals with accessibility issues and publication of quality data of chemical compound properties. Such open data far better serves both scientific and educational purposes. The thesis describes the preparation of: 1) hydrates of cerium, erbium, gadolinium, lanthanum, and neodymium nitrates; and 2) hydroxides of cerium, erbium, gadolinium, lanthanum and neodymium. The paper contains infrared spectra of nitrates and indigenous oxides from which nitrates were prepared, Raman spectra of nitrates, hydroxides and oxides. You can also find TGA and DSC analyses of these hydrates. All spectra were published in the Chemspider.com database in JDX format. This has ensured free access to data, including metadata with the possibility of interactive manipulation.

Key words: Lanthanides, nitrates, hydroxides, oxides, Raman, IR, UV/VIS, spectra, TGA, DSC, open data, Chemspider.

Obsah

1 ÚVOD.....	12
2 TEORETICKÁ ČÁST.....	13
2.1 TGA.....	13
2.2 DTA.....	13
2.3 Spektrální přístroje.....	14
2.3.1 Ultrafialová a viditelná spektrometrie.....	14
2.3.2 Infračervená spektrometrie.....	14
2.3.3 Ramanova spektrometrie.....	15
2.3.3.1 Ramanův rozptyl záření.....	15
2.4 Přehled vlastností látek.....	16
2.4.1 Rozpustnosti.....	16
2.4.2 Spektra.....	17
3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	18
3.1 Příprava dusičnanů.....	18
3.1.1 Příprava dusičnanu ceritého.....	18
3.1.2 Příprava dusičnanu erbitého.....	19
3.1.3 Příprava dusičnanu gadolinitého.....	19
3.1.4 Příprava dusičnanu lanthanitého.....	20
3.1.5 Příprava dusičnanu neodymitého.....	21
3.2 Příprava hydroxidů.....	22
3.2.1 Hydroxid ceritý.....	22
3.2.2 Hydroxid erbitý.....	22
3.2.3 Hydroxid gadolinitý.....	23
3.2.4 Hydroxid lanthanitý.....	23
3.2.5 Hydroxid neodymitý.....	24
3.3 TGA.....	25
3.3.1 TGA $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$	26
3.3.2 TGA $\text{Er}(\text{NO}_3)_3$	27
3.3.3 TGA $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3$	28
3.3.4 TGA $\text{La}(\text{NO}_3)_3$	29
3.3.5 TGA $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3$	30
3.4 DSC.....	31

3.5 Ultrafialová a viditelná spektra.....	33
3.5.1 UV/VIS Ce(NO ₃) ₃	34
3.5.2 UV/VIS Er(NO ₃) ₃	35
3.5.3 UV/VIS Gd(NO ₃) ₃	36
3.5.4 UV/VIS La(NO ₃) ₃	37
3.5.5 UV/VIS Nd(NO ₃) ₃	38
3.5.6 Výpočty molárního absorpčního koeficientu.....	39
3.6 Infračervená spektra dusičnanů.....	41
3.7 Infračervená spektra oxidů.....	46
3.8 Ramanova spektra dusičnanů.....	49
3.9 Ramanova spektra oxidů.....	51
3.10 Ramanova spektra hydroxidů.....	53
3.11 Ramanova spektra smíšených oxid dusičnanů.....	55
4 PUBLIKOVÁNÍ DAT.....	57
4.1 Porovnání typů datových souborů.....	57
4.1.1 Srovnání formátů souborů TGA Q500.....	57
4.1.2 Srovnání formátů souborů Mettler Toledo DSC 1.....	59
4.1.3 Srovnání formátů souborů UV-VIS spektrometr Cintra 202.....	59
4.1.4 Srovnání formátů souborů FTIR spektrometr Nicolet iN10.....	60
4.1.5 Srovnání formátů souborů Ramanův spektrometr Nicolet DXR.....	62
4.2 Analytický freeware SpectraGryph.....	63
4.3 Možnosti publikace kompletních dat.....	63
4.3.1 Wikipedia.....	64
4.3.2 Open Spectral Database.....	66
4.3.3 Chemspider.com.....	66
5 ZÁVĚR.....	69
6 LITERATURA.....	70
7 PŘÍLOHY.....	72

Seznam ilustrací

Ilustrace 1: Dusičnan gadolinitý při zvětšení 50×.....	20
Ilustrace 2: TGA dusičnanu ceritého.....	26
Ilustrace 3: TGA dusičnanu erbitého.....	27
Ilustrace 4: TGA dusičnanu gadolinitého.....	28
Ilustrace 5: TGA dusičnanu lanthanitého.....	29
Ilustrace 6: TGA dusičnanu neodymitého.....	30
Ilustrace 7: DSC pentahydrát dusičnanu gadolinitého.....	32
Ilustrace 8: DSC tetrahydrát dusičnanu ceritého.....	33
Ilustrace 9: Export souborů z UV/VIS spektrometru Cintra.....	33
Ilustrace 10: UV/VIS dusičnanu ceritého.....	34
Ilustrace 11: UV/VIS dusičnanu erbitého.....	35
Ilustrace 12: UV/VIS dusičnanu gadolinitého.....	36
Ilustrace 13: UV/VIS dusičnanu lanthanitého.....	37
Ilustrace 14: UV/VIS dusičnanu neodymitého.....	38
Ilustrace 15: Krabicové diagramy pro hodnoty molárního absorpčního koeficientu.....	40
Ilustrace 16: Infračervená spektra příslušných hydrátů dusičnanů.....	41
Ilustrace 17: Infračervená spektra příslušných hydrátů dusičnanů (rozložená).....	42
Ilustrace 18: IČ spektrum tetrahydrátů dusičnanu ceritého a lanthanitého.....	43
Ilustrace 19: IČ spektrum pentahydrátů dusičnanu erbitého a gadolinitého.....	43
Ilustrace 20: IČ spektrum hexahydrátu dusičnanu neodymitého.....	43
Ilustrace 21: Infračervená spektra oxidů.....	46
Ilustrace 22: Infračervená spektra oxidů - rozložená.....	47
Ilustrace 23: Ramanova spektra dusičnanů.....	49
Ilustrace 24: Ramanova spektra dusičnanů (nad sebou).....	49
Ilustrace 25: Ramanova spektra oxidů.....	52
Ilustrace 26: Ramanova spektra oxidů (rozložená).....	52
Ilustrace 27: Ramanova spektra hydroxidů.....	53
Ilustrace 28: Ramanova spektra hydroxidů (rozložená).....	53
Ilustrace 29: Ramanova spektra smíšených oxid dusičnanů.....	55
Ilustrace 30: Ramanova spektra smíšených oxid dusičnanů - rozložená.....	55
Ilustrace 31: Export souborů z UV/VIS spektrometru Cintra.....	60
Ilustrace 32: Analýza dat v software SpectraGryph.....	63
Ilustrace 33: Graf Wikipedie - barevnost prvků.....	65
Ilustrace 34: Náhled na ChemSpider.com Lanthanum nitrate před vložením získaných dat.....	66
Ilustrace 35: Náhled na ChemSpider.com Lanthanum nitrate po vložení získaných dat.....	67
Ilustrace 36: ChemSpider.com - interaktivní zobrazení spektra s tabulkou píků - vložená data.....	67
Ilustrace 37: ChemSpider.com - doplněná data - obrázek.....	68

Seznam tabulek

Tabulka 1: Rozpustnosti dusičnanů lanthanoidů v hmotnostních procentech [SIEKIERSKI, 1983]	17
Tabulka 2: $Ce(NO_3)_3$	18
Tabulka 3: $Er(NO_3)_3$	19
Tabulka 4: $Gd(NO_3)_3$	20
Tabulka 5: $La(NO_3)_3$	21
Tabulka 6: $Nd(NO_3)_3$	21
Tabulka 7: $Ce(OH)_3$	22
Tabulka 8: $Er(OH)_3$	23
Tabulka 9: $Gd(OH)_3$	23
Tabulka 10: $La(OH)_3$	24
Tabulka 11: $Nd(OH)_3$	24
Tabulka 12: Molekulové hmotnosti n hydrátů dusičnanů lanthanoidů.....	25
Tabulka 13: Procentuální zastoupení vody v n hydrátech dusičnanů lanthanoidů.....	25
Tabulka 14: TGA dusičnanu ceritého – úbytek hmotnosti.....	26
Tabulka 15: TGA dusičnanu erbitého - úbytek hmotnosti.....	27
Tabulka 16: TGA dusičnanu gadolinitého - úbytky hmotnosti.....	29
Tabulka 17: TGA dusičnanu lanthanitého - úbytky hmotnosti.....	30
Tabulka 18: TGA dusičnanu neodymitého - úbytky hmotnosti.....	31
Tabulka 19: Souhrn výsledků DSC (teploty tání).....	31
Tabulka 20: Porovnání teplot tání dusičnanů.....	32
Tabulka 21: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu ceritého.....	34
Tabulka 22: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu erbitého.....	35
Tabulka 23: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu gadolinitého.....	36
Tabulka 24: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu lanthanitého.....	37
Tabulka 25: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu neodymitého.....	38
Tabulka 26: Vyhodnocení UV/VIS spekter.....	39
Tabulka 27: Hodnoty molárního absorpčního koeficientu při 200 nm.....	40
Tabulka 28: Parametry spekter dusičnanu ceritého.....	44
Tabulka 29: Parametry spekter dusičnanu erbitého.....	44
Tabulka 30: Parametry spekter dusičnanu gadolinitého.....	45
Tabulka 31: Parametry spekter dusičnanu lanthanitého.....	45
Tabulka 32: Parametry spekter dusičnanu neodymitého.....	46
Tabulka 33: Parametry infračervených spekter oxidů.....	48
Tabulka 34: Parametry Ramanových spekter dusičnanů.....	50
Tabulka 35: Parametry Ramanových spekter oxidů.....	51
Tabulka 36: Parametry Ramanových spekter hydroxidů.....	54
Tabulka 37: Parametry Ramanových spekter smíšených oxid dusičnanů.....	56
Tabulka 38: Ukázka exportovaných souborů z TGA.....	58
Tabulka 39: Ukázka exportovaných souborů z UV/VIS.....	59
Tabulka 40: Ukázka exportovaných souborů z IČ.....	61

1 Úvod

Lanthanoidy se vyskytují v zemské kůře především ve směsích a to převážně v podobě svých oxidů, popřípadě v různých minerálech například v monazitu jako fosforečnany, nebo v euxenitu jako fluorouhličitan. I když je jejich výskyt dostatečný, problém se skrývá v jejich roztroušenosti a jejich nesnadnému získávání. Často se také vyskytují spolu s thoriem, které je radioaktivní. [LONG, 2010]

Cílem práce bylo připravit z pěti oxidů vzácných zemin jejich dusičnany, popřípadě z dusičnanů posléze hydroxidy a u připravených látek zjistit některé charakteristické vlastnosti, změřit jejich spektra (IČ, UV/VIS, Ramanova) a najít nejvhodnější způsob, jak tato data zveřejnit v co nejkvalitnější formě a učinit je tak snadno přístupná v plném rozsahu.

Nedílnou součástí práce bylo také zaznamenání postupu přípravy vzorků, pro případnou možnost opakování přípravy. Dalším důležitým úkolem bylo shromáždit všechna získaná data, ta pak smysluplně roztřídit a zpřehlednit a popřípadě interpretovat informace, které nám podávají.

2 Teoretická část

V teoretické části jsou stručně popsány analytické metody, které byly k analýze vzorků použity. Celá kapitola čerpá z publikace Moderní analytické metody, kterou v roce 2003 publikoval Pavel Klouda. viz [Klouda, 2003].

2.1 TGA

Termogravimetrická analýza (TGA) měří, jak se mění hmotnost zkoumaného vzorku v závislosti na stoupající teplotě. Pokud se složení zkoumaného vzorku nemění, bude závislostí vodorovná přímka. Jakmile začne hmotnost vzorku ubývat, je jasné, že dochází ke změnám složení. Na křivce se objeví sestupný schod. Teplota, při které se mění hmotnost vzorku, souvisí se složením, velikost změn souvisí zase s množstvím složky, která je za úbytek hmotnosti odpovědná. Křivku lze do grafu vynášet také jako derivační, a potom je ve tvaru píků.

Součástí přístroje na TGA je kelímek se vzorkem. Kelímek je napojen na citlivé váhy a umístěn v pícce, ve které se zvyšuje teplota. Atmosféru v okolí vzorku můžeme zvolit, je však nutné aby byla inertní a vzorek s ní nereagoval. Na rozlišovací schopnost zařízení má vliv velikost vzorku, rychlost zahřívání nebo chlazení a inertní plyn tvořící prostředí. Obecně platí, že čím menší je velikost vzorku, nižší rychlost ohřevu a vyšší tepelná vodivost inertní atmosféry, tím je rozlišovací schopnost lepší. U dřívějších přístrojů se používala pouze konstantní rychlost zahřívání. U moderních přístrojů je možno pracovat v různých automaticky prováděných módech, například s rychlým zahříváním, pokud nenastávají změny hmotnosti, a zpomalením, jakmile se začnou tyto změny projevovat.

2.2 DTA

Diferenční termická analýza měří teplotní rozdíl mezi vzorkem a srovnávacím materiálem jako funkci při zahřívání nebo ochlazování materiálu. Teplotní rozdíly mezi sledovanými látkami se objevují v důsledku tepelně zabarvených fyzikálních a chemických dějů. DTA křivka je závislost teplotního rozdílu na teplotě (času). Ve variantě DSC se vynáší tepelný tok dH/dt v mW proti teplotě (času).

Základem zařízení pro DTA je pírka. V její ose je pár kelímků spojených teplotními čidly pro vzorek a srovnávací látku. Ohřev je elektrický. Atmosféra kolem kelímku je zpravidla inertní.

2.3 Spektrální přístroje

Optické přístroje, jimiž objektivně měříme emisní nebo absorpční spektra látek, nazýváme spektrometry. Tyto přístroje obsahují řadu částí, které mají obdobný účel a jsou společné všem spektrometrům.

Spektrometry obsahují zdroj záření, optické prvky pro vedení paprsku přístrojem, prvek pro výběr vhodné vlnové délky k měření, zařízení pro vzorek u absorpčních metod (např. kyvetu) a detektor elektromagnetického záření. Výstupní zařízení ukazuje, zaznamenává, případně dále vyhodnocuje signál detektoru. Současné moderní spektrometry zaznamenávají a vyhodnocují spektra pomocí počítače.

Přístroj nastavujeme na nulovou koncentraci analytu pomocí slepého srovnávacího vzorku (čisté rozpouštědlo, tzv. „blank“), což u jednopaprskových přístrojů provádíme před měřením. U dvoupaprskových přístrojů se porovnávání děje průběžně, protože paprsek je dělen v pravidelných intervalech na část procházející vzorkem a část procházející srovnávacím prostředím pomocí rotujících zrcadlových segmentů tvaru kruhových výsečí (tzv. „čopru“ z angl. chopper). Detektor střídavě měří jeden a druhý paprsek.

2.3.1 Ultrafialová a viditelná spektrometrie

Podstatou ultrafialové a viditelné spektrometrie je absorpce ultrafialového a viditelného záření (200 až 800 nm) zředěnými roztoky molekul. Při absorpci dochází k excitaci valenčních elektronů, které jsou součástí molekulových orbitalů. Proto molekulová absorpční spektra v ultrafialové a viditelné oblasti jsou svou podstatou elektronová spektra.

Molekulové orbitály (MO) vznikají při tvorbě vazby z atomových orbitalů (AO). Ze dvou AO se vytvoří dva MO. Jeden má nižší energii než původní AO a nazývá se vazebný MO, druhý má vyšší energii, nazývá se antivazebný MO a v zápisu se označuje hvězdičkou. Vazebný elektronový pár se v základním stavu nachází ve vazebném MO. Do antivazebného MO může přejít elektron při absorpci energie, která je rovna nebo větší než rozdíl energií mezi oběma MO.

2.3.2 Infračervená spektrometrie

Principem infračervené spektrometrie je absorpce infračerveného záření molekulami látek. Infračervené záření má větší vlnovou délku a tedy nižší energii než viditelné a ultrafialové, pokrývá část elektromagnetického spektra v intervalu mezi 0,78 a 1 000 μm . V infračervené spektrometrii se

běžně místo vlnové délky používá vlnočty. Nejdůležitější oblast pro infračervenou spektrometrii je 4000–670 cm^{-1} . Infračervenou oblast spektra rozdělujeme na tři části:

- Blízká infračervená oblast (0,78 až 2,5 μm , tj. 12 800 až 4 000 cm^{-1});
- Střední infračervená oblast, 2,5 až 50 μm , tj. 4 000 až 200 cm^{-1} ;
- Vzdálená infračervená oblast, 50 až 1 000 μm , tj. 200 až 10 cm^{-1} .

Energie infračerveného záření již nestačí na změny elektronových stavů, způsobuje pouze změny vibračních a rotačních stavů molekul. Proto infračervená absorpční spektra jsou spektra vibračně-rotační. Energetické hladiny rotačních stavů jsou si v podstatě blíže než energetické hladiny vibračních stavů. Nastávají-li změny vibračních stavů, jsou doprovázeny i změnami rotačních stavů.

V infračervených spektrech sledujeme závislost transmitance nebo absorpce na vlnočtu absorbovaného záření. Spektrum je pásové. Pásky ve spektru odpovídají různým typům vibračních přechodů a umožňují identifikovat funkční skupiny přítomné v látce. Podmínkou aktivity vibrace v infračervené oblasti je změna dipólového momentu molekuly během vibrace.

Absorbovat se může jen záření, jehož energie odpovídá příslušným vibračním a rotačním přechodům. Tyto jsou u různých skupin atomů různé. Proto z vlnočtu absorbovaného záření získáváme informace pro kvalitní analýzu.

2.3.3 Ramanova spektrometrie

Principem metody je měření rozptýleného záření, které vzniká interakcí monochromatického záření z oblasti viditelné až blízké infračervené s molekulami vzorku za současné změny jejich vibračních a rotačních stavů (nejde o luminiscenci ani o rozptyl na mezifázi v heterogenní soustavě).

2.3.3.1 Ramanův rozptyl záření

Měříme-li toto rozptýlené záření, zjistíme, že jeho určitá malá část změnila vlnočty. rozkmitaná molekula se nevrátila na původní hladinu, ale zaujala jiný vibrační a rotační stav. U těchto molekul je výsledkem změna vibračního a rotačního stavu. Tato změna nastala jiným mechanismem než v infračervené spektrometrii, v níž se tento stav mění přímo absorpcí infračerveného záření. Vlastně došlo k nepružné srážce fotonu s molekulou, při které foton část energie molekule ponechal.

Podmínkou aktivity vibrace v Ramanově spektrometrii je změna polarizovatelnosti molekuly během vibrace. Polarizovatelnost molekuly je v podstatě mírou schopnosti posouvat v molekule náboje působením elektrického pole a vytvářet indukovaný dipól. Polarizovatelnost molekuly má úzký vztah k charakteru molekulových orbitalů. Změna polarizovatelnosti je způsobena jejich deformací.

V Ramanově spektru se nacházejí pásy s nižším vlnočtem rozptýleného záření než je vlnočtem dopadajícího záření, které souvisí s návratem molekuly na vyšší vibrační hladinu než byla původní, a pásy s vyšším vlnočtem rozptýleného záření, odpovídající návratu molekuly na nižší vibrační hladinu než byla původní. První případ se využívá analyticky, protože pásy o nižších vlnočtech jsou intenzivnější (tzv. Stokesovy pásy). Rozdíl hodnot frekvencí primárního záření a rozptýleného záření se nazývá Ramanův posun.

Zdroj záření musí být velmi intenzivní, neboť Ramanův rozptyl je velmi slabý. Jako rozpouštědla lze použít i vody. Látka je ve skleněné nebo křemenné kyvetě. Jestliže vzorek vykazuje fluorescenci, je to překážka sledování Ramanových spekter.

Roztok musí být dostatečně homogenní, aby nedocházelo k rozptylu světla odrazem na fázových rozhraních. Ramanova spektrometrie je využívána podobně jako infračervená spektrometrie ke studiu struktury organických i anorganických molekul. Dobře se s IČ spektrometrií doplňuje, protože zatímco v IČ spektrometrii patří nejintenzivnější pásy vibračním vazeb s permanentním dipólovým momentem, jsou v Ramanově spektrometrii nejintenzivnější pásy nepolárních vazeb, pokud jsou snadno polarizovatelné.

2.4 Přehled vlastností látek

Tato kapitole prezentuje rešerši vybraných vlastností studovaných látek:

- oxidu ceričitého, erbitého, gadolinitého, lanthanitého, neodymitého;
- dusičnanu ceritého, erbitého, gadolinitého, lanthanitého, neodymitého;
- hydroxidu ceritého, erbitého, gadolinitého, lanthanitého, neodymitého.

2.4.1 Rozpustnosti

Všechny oxidy (oxid ceričitý, erbitý, gadolinitý, lanthanitý, neodymitý) jsou uváděny jako ve vodě nerozpustné. Obdobně hydroxidy (hydroxid ceritý, erbitý, gadolinitý, lanthanitý, neodymitý)

jsou uváděny také jako ve vodě nerozpustné. Dusičnany jsou dobře rozpustné, přehled rozpustností dusičnanů v hmotnostních procentech zkompileovaný ze: [SIEKIERSKI, 1983] uvádí následující tabulka:

Tabulka 1: Rozpustnosti dusičnanů lanthanoidů v hmotnostních procentech [SIEKIERSKI, 1983]

Sloučenina/ Teplota	10 °C	20 °C	25 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C	90 °C	100 °C
Ce(NO ₃) ₃	59,80	61,89	63,05	64,31*	67,0*	68,6	71,1*	74,9*	79,2	80,9	83,1
Er(NO ₃) ₃	63,15	64,84	65,75	66,69	68,70	70,96	73,64	77,75			
Gd(NO ₃) ₃	57,7	59,2	60,1	61,0	62,9	65,2	67,9	71,5			
La(NO ₃) ₃	56,9	58,9	60,0	61,1	63,6	66,3	69,9*	74,1*			
Nd(NO ₃) ₃	57,49s	59,37	60,38	61,43	63,69	66,27	69,47	1:13			
Pr(NO ₃) ₃	59,20	61,16	62,24	63,40*	65,7*	67,8	70,2	73,4			

* nastává změna pevné fáze mezi uvedenými teplotami, např. v počtu molekul vody v hydrátu nebo mezi hydrátem a bezvodou solí.

2.4.2 Spektra

Ultrafialová, infračervená, Ramanova spektra oxidů, dusičnanů ani hydroxidů lanthanoidů ve formě spektrálního souboru nejsou dostupná. V grafické formě obsahují některá vibrační spektra knihy: [BÜNZLI, 1978], z novějších [NAKAMOTO, 2009] a [NYQUIST, 2012]. Infračervená spektra dusitanů a dusičnanů lanthanoidů i produktů jejich tepelného rozkladu uvádí [PATIL, 1967]. Vzhledem ke stáří těchto zdrojů je i kvalita grafického výstupu velmi špatná.

3 Experimentální část

V experimentální části je popsána laboratorní příprava jednotlivých vzorků dusičnanů a hydroxidů. Jsou zde výsledky jednotlivých měření a možnosti jejich zpracování a publikace.

3.1 Příprava dusičnanů

Všechny dusičnany byly připravovány současně. Jejich příprava zabrala různé množství času a to nejen neochotou některých oxidů se rozpustit, ale především velkého množství času a specifických podmínek, které potřebovaly pro krystalizaci.

3.1.1 Příprava dusičnanu ceritého

Navážka 5,01 g oxidu ceritého byla převedena do kádinky. K ní bylo přidáno 10 ml H₂O a 16 ml 30 % kyseliny dusičné. Rozpouštění oxidu napomáhalo neustálé míchání. Pro zredukování Ce^{+IV} na Ce^{+III} bylo postupně přidáváno 20 ml H₂O₂. Přesto oxid nejevil po 20 minutách výrazné známky rozpouštění. Proto byla dále celá směs zahřívána.

Celá směs byla v digestoři vařena 2 hodiny, přičemž k ní bylo postupně přidáno ještě dalších 20 ml H₂O₂. Teprve po tom se rozpustily i poslední zbytky oxidu. Celá směs vřela velmi agresivně. Poté byl roztok zfiltrován a ponechán na vzduchu, aby volně krystalizoval.

Mírně nažloutlý filtrát byl ponechán volné krystalizaci týden. Nicméně krystalizace nezapočala a po týdnu byla na dně krystalizační misky pouze čirá, nažloutlá, hustá kapalina. Krystalizační miska byla přesunuta do sušárny, kde byla dalších 24 hodin při teplotě 44 °C. Po 24 hodinách se objevily známky krystalizace, ale produkt byl stále velmi mokrá a hmota v krystalizační misce nenabývala jasné struktury. Poté byla teplota v sušárně snížena na 30 °C a naopak zvýšena cirkulace vzduchu na maximum. Po dalších 3 dnech produkt vyschl na sklovitou hmotu.

Tabulka 2: $Ce(NO_3)_3$

$2 CeO_2 + 6 HNO_3 + 3 H_2O_2 \rightarrow 2 Ce(NO_3)_3 + 6 H_2O + 2 O_2$					Rovnice 1: $Ce(NO_3)_3$				
Reaktanty				→	Produkty (počet molekul vody z 3.3 TGA)				
CeO ₂ (g)	n (mol)	n HNO ₃ (mol)	V HNO ₃ 30 % (ml)	Poměr	Ce(NO ₃) ₃ ·4H ₂ O (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek	
5,01	0,0291	0,0873	15,5	1 : 1	9,87	0,0248	11,59	85,16	

3.1.2 Příprava dusičnanu erbitého

Navážka 5,03 g oxidu erbitého byla převedena do kádinky a k ní bylo přidáno 10 ml H₂O. Poté bylo do kádinky přidáno 14 ml 30 % kyseliny dusičné a směs byla důkladně promíchána. Po 10 minutách pouhého míchání se oxid erbitý nerozpustil. Proto byla kádinka přesunuta na vařič, kde byla směs zahřívána. Postupným opatrným zahříváním, tak aby směs nevřela, bylo po 20 minutách dosaženo rozpuštění převážné části oxidu. Zbytek oxidu se rozpustil až po dalších 30 minutách po přidání ještě 5 ml 30 % kyseliny dusičné, stálého zahřívání a míchání.

Narůžovělý roztok dusičnanu erbitého byl zfiltrován do krystalizační misky přes nahřátou aparaturu a ponechán volné krystalizaci. Po jednom týdnu byla v krystalizační misce čirá, narůžovělá, velmi hustá kapalina, ve které se nenacházely žádné krystaly. Krystalizační miska byla tedy přemístěna do sušárny a nechána 24 hodin při teplotě 44 °C krystalizovat. Po jednom dni produkt ztuhl do podoby, která vypadala jako krystalická, ale produkt byl ještě stále velmi vlhký. Proto byla krystalizační miska vrácena do sušárny, kde zůstala při teplotě 30 °C další 3 dny.

Po vyjmutí krystalizační misky ze sušárny byl produkt suchý a tak byl umístěn malý vzorek pod mikroskop se snahou vyfotografovat krystaly dusičnanu erbitého. Pod mikroskopem se však ukázalo, že produkt ztuhl v růžovou sklovitou hmotu.

Tabulka 3: $Er(NO_3)_3$

$Er_2O_3 + 6 HNO_3 \rightarrow 2 Er(NO_3)_3 + 3 H_2O$					Rovnice 2: $Er(NO_3)_3$				
Reaktanty				→	Produkty(počet molekul vody z 3.3 TGA)				
Er_2O_3 (g)	n (mol)	n HNO ₃ (mol)	V HNO ₃ 30 % (ml)	Poměr	$Er(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek	
5,03	0,0131	0,0786	13,9	1 : 2	11,397	0,0257	11,616	98,11	

3.1.3 Příprava dusičnanu gadolinitého

Navážka 5,01 g oxidu gadolinitého byla převedena do kádinky. K ní bylo přidáno 10 ml H₂O a poté ještě 15 ml 30 % kyseliny dusičné. Vzniklá směs byla promíchávána 10 minut, přičemž k rozpuštění oxidu došlo jen z velmi malé části. Proto byla směs opatrně zahřáta. Při zahřívání se směs za stálého míchání snadno rozpustila do 10 minut. Takto získaný čirý bezbarvý roztok byl přefiltrován přes zahřátou filtrační aparaturu do krystalizační misky a ponechán týden volně krystalizovat.

Po týdnu dusičnan gadolinitý na volném vzduchu vykristaloval v jemné, průhledné, sloupečkovité krystaly, které byly krásně patrné pouhým okem. Kvůli jejich soudržnosti nebyl vyfotografován celý krystal ale pouze jeho ulomená část.

Ilustrace 1: Dusičnan gadolinitý při zvětšení 50×



$Gd_2O_3 + 6 HNO_3 \rightarrow 2 Gd(NO_3)_3 + 3 H_2O$					<i>Rovnice 3: $Gd(NO_3)_3$</i>				
Reaktanty				→	Produkty(počet molekul vody z 3.3 TGA)				
Gd ₂ O ₃ (g)	n (mol)	n HNO ₃ (mol)	V HNO ₃ 30 % (ml)	Poměr	Gd(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek	
5,01	0,0138	0,0828	14,7	1 : 2	11,748	0,0271	11,96	98,23	

3.1.4 Příprava dusičnanu lanthanitého

Navážka 5,04 g oxidu lanthanitého byla převedena do kádinky. K ní bylo přidáno 10 ml H₂O a poté ještě 17 ml 30 % kyseliny dusičné. Hromádka oxidu lanthanitého vypadala nesmáčivě, nicméně při stálém míchání se bez problému rozpustila sama do 10 minut. Roztok dusičnanu lanthanitého byl následně přefiltrován přes normální filtrační aparaturu do krystalizační misky. Takto získaný roztok byl ponechán volně krystalizovat na vzduchu jeden týden.

Po jednom týdnu se čirý roztok pouze mírně zahustil, ale k žádné krystalizaci nedošlo. Krystalizační miska byla tedy přemístěna na 24 hodin do sušárny zahřáté na teplotu 44 °C. Poté se

objevily malé bílé struktury, vzdáleně připomínající škraloup. Miska s produktem byla poté vrácena do sušárny s teplotou sniženou na 30 °C na další 3 dny. Po třech dnech zkrystalizoval dusičnan v bílou hmotu bez struktury. Tato bílá hmota se přilepila ke stěnám a dnu krystalizační misky tak silně, že seškrábání zhruba poloviny produktu pro jeho další využití zabralo téměř 45 minut. Poté se krystalizační miska pod přílišným tlakem rozbila a zbytek vzorku se tak kontaminoval a poté byl vyhozen. Z tohoto důvodu je výtěžek dusičnanu lanthanitého tak malý.

Tabulka 5: $La(NO_3)_3$

$La_2O_3 + 6 HNO_3 \rightarrow 2 La(NO_3)_3 + 3 H_2O$					Rovnice 4: $La(NO_3)_3$				
Reaktanty				→	Produkty(počet molekul vody z 3.3 TGA)				
La_2O_3 (g)	n (mol)	n HNO_3 (mol)	V HNO_3 30 % (ml)	Poměr	$La(NO_3)_3 \cdot 4H_2O$ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek	
5,04	0,0155	0,0930	16,5	1 : 2	7,709	0,0194	12,31	62,62	

3.1.5 Příprava dusičnanu neodymitého

Navážka 5,01 g oxidu neodymitého byla převedena do kádinky. K ní bylo přidáno 10 ml H_2O a 16 ml 30 % kyseliny dusičné. Obsah byl snadno rozpuštěn krouživým pohybem s kádinkou během několika desítek vteřin. Zbarvení čirého roztoku bylo jemně fialové. Poté byl dusičnan neodymitý přefiltrován přes obyčejnou filtrační aparaturu do krystalizační misky. Roztok byl poté ponechán volně krystalizovat pod děrovaným papírem jeden týden.

Po jednom týdnu nafialovělá kapalina pouze malinko zhoustla. Proto byla krystalizační miska přesunuta do zahřáté na teplotou 44 °C na 24 hodin. Po jednom dni v sušárně se objevila na kapalině struktura podobná škraloupu. Proto byla krystalizační miska vrácena do sušárny, tentokrát na 3 dny při teplotě 30 °C. Po třech dnech se odpařila z dusičnanu všechna vlhkost. Bohužel však produkt nevykristaloval, ale pouze ztuhl v nafialovělou neforemnou hmotu.

Tabulka 6: $Nd(NO_3)_3$

$Nd_2O_3 + 6 HNO_3 \rightarrow 2 Nd(NO_3)_3 + 3 H_2O$					Rovnice 5: $Nd(NO_3)_3$				
Reaktanty				→	Produkty(počet molekul vody z 3.3 TGA)				
Nd_2O_3 (g)	n (mol)	n HNO_3 (mol)	V HNO_3 30 % (ml)	Poměr	$Nd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek	
5,01	0,0148	0,0888	15,8	1 : 2	10,476	0,0239	12,97	80,77	

3.2 Příprava hydroxidů

Příprava hydroxidů byla oproti dusičnanům velmi snadná. V době kdy byly hydroxidy připravovány nebyl sice ještě známý počet krystalových vod v jednotlivých dusičnanech, ale to na přípravu nemělo vliv, neboť amoniak byl do reakce přidán v mírném nadbytku a nezreagovaný amoniak byl pak vymyt nebo odpařen.

3.2.1 Hydroxid ceritý

Navážka 0,709 g tetrahydrátu dusičnanu ceritého byla převedena do kádinky a k ní bylo přidáno 5 ml H₂O. Dusičnan ceritý se velmi snadno rozpustil i v takto malém množství vody. Do roztoku byly posléze přidány 2 ml 14 % amoniaku. Prakticky okamžitě se objevila světle žlutá sraženina hydroxidu ceritého.

Vzniklá sraženina byla přefiltrována přes Büchnerovu nálevku a promyta 3 ml H₂O. Poté byla sraženina přesunuta na hodinovém sklíčku do sušárny, kde se sušila 20 minut při teplotě 55 °C. Během sušení přešla světle žlutá barva hydroxidu ceritého až do tmavě banánové. Zvážáním byla zjištěna výsledná hmotnost hydroxidu 0,168 g.

Tabulka 7: Ce(OH)₃

Ce(NO ₃) ₃ + 3 NH ₄ OH → 3 NH ₄ NO ₃ + Ce(OH) ₃					Rovnice 6: Ce(OH) ₃			
Reaktanty (počet molekul vody z 3.3 TGA)				→	Produkty			
Ce(NO ₃) ₃ ·4H ₂ O (g)	n (mol)	n NH ₄ OH (mol)	V NH ₄ OH 14 % (ml)	Poměr	Ce(OH) ₃ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek
0,709	0,0018	0,0053	1,25	1 : 1	0,168	0,0008	0,344	48,84

3.2.2 Hydroxid erbitý

Navážka 0,709 g pentahydrátu dusičnanu erbitého byla převedena do kádinky a k ní bylo přidáno 5 ml H₂O. Dusičnan erbitý se velmi snadno rozpustil i v takto malém množství vody. Do roztoku byly posléze přidány 2 ml 14 % amoniaku. Prakticky okamžitě se objevila narůžovělá sraženina hydroxidu erbitého.

Vzniklá sraženina byla přefiltrována přes Büchnerovu nálevku a promyta 3 ml H₂O. Poté byla sraženina přesunuta na hodinovém sklíčku do sušárny, kde se sušila 20 minut při teplotě 55 °C. Při

sušení došlo ke zvýraznění růžové barvy produktu. Zvážením byla zjištěna hmotnost produktu 0,218 g.

Tabulka 8: $Er(OH)_3$

$Er(NO_3)_3 + 3 NH_4OH \rightarrow 3 NH_4NO_3 + Er(OH)_3$					Rovnice 7: $Er(OH)_3$			
Reaktanty (počet molekul vody z 3.3 TGA)				→	Produkty			
$Er(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (g)	n (mol)	n NH_4OH (mol)	V NH_4OH 14 % (ml)	Poměr	$Er(OH)_3$ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek
0,709	0,0016	0,0048	1,13	1 : 1	0,218	0,0010	0,349	62,46

3.2.3 Hydroxid gadolinitý

Navážka 0,701 g pentahydrátu dusičnanu gadolinitého byla převedena do kádinky a k ní bylo přidáno 5 ml H_2O . Dusičnan gadolinitý se velmi snadno rozpustil i v takto malém množství vody. Do roztoku byly posléze přidány 2 ml 14 % amoniaku. Prakticky okamžitě se objevila bílá sraženina hydroxidu gadolinitého.

Vzniklá sraženina byla přefiltrována přes Büchnerovu nálevku a promyta 3 ml H_2O . Poté byla sraženina přesunuta na hodinovém sklíčku do sušárny, kde se sušila 20 minut při teplotě 55 °C. Zvážením byla zjištěna hmotnost produktu 0,253 g.

Tabulka 9: $Gd(OH)_3$

$Gd(NO_3)_3 + 3 NH_4OH \rightarrow 3 NH_4NO_3 + Gd(OH)_3$					Rovnice 8: $Gd(OH)_3$			
Reaktanty (počet molekul vody z 3.3 TGA)				→	Produkty			
$Gd(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (g)	n (mol)	n NH_4OH (mol)	V NH_4OH 14 % (ml)	Poměr	$Gd(OH)_3$ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek
0,701	0,0016	0,0048	1,13	1 : 1	0,253	0,0012	0,333	75,98

3.2.4 Hydroxid lanthanitý

Navážka 0,708 g tetrahydrátu dusičnanu lanthanitého byla převedena do kádinky a k ní bylo přidáno 5 ml H_2O . Dusičnan lanthanitý se velmi snadno rozpustil i v takto malém množství vody. Do roztoku byly posléze přidány 2 ml 14 % amoniaku. Prakticky okamžitě se objevila bílá sraženina hydroxidu lanthanitého.

Vzniklá sraženina byla přefiltrována přes Büchnerovu nálevku a promyta 3 ml H₂O. Poté byla sraženina přesunuta na hodinovém sklíčku do sušárny, kde se sušila 20 minut při teplotě 55 °C. Při sušení se barva sraženiny změnila na béžovou. Zvážením byla zjištěna hmotnost produktu 0,216 g.

Tabulka 10: La(OH)₃

La(NO ₃) ₃ + 3 NH ₄ OH → 3 NH ₄ NO ₃ + La(OH) ₃					Rovnice 9: La(OH) ₃			
Reaktanty (počet molekul vody z 3.3 TGA)				→	Produkty			
La(NO ₃) ₃ · 4H ₂ O (g)	n (mol)	n NH ₄ OH (mol)	V NH ₄ OH 14 % (ml)	Poměr	La(OH) ₃ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek
0,708	0,0018	0,0054	1,27	1 : 1	0,216	0,0011	0,342	63,16

3.2.5 Hydroxid neodymitý

Navážka 0,704 g hexahydrátu dusičnanu neodymitého byla převedena do kádinky a k ní bylo přidáno 5 ml H₂O. Dusičnan neodymitý se velmi snadno rozpustil i v takto malém množství vody. Do roztoku byly posléze přidány 2 ml 14 % amoniaku. Prakticky okamžitě se objevila světle fialová sraženina hydroxidu neodymitého.

Vzniklá sraženina byla přefiltrována přes Büchnerovu nálevku a promyta 3 ml H₂O. Poté byla sraženina přesunuta na hodinovém sklíčku do sušárny, kde se sušila 20 minut při teplotě 55 °C. Při sušení se zvýraznila světle fialová barva produktu. Zvážením byla zjištěna hmotnost produktu 0,273 g.

Tabulka 11: Nd(OH)₃

Nd(NO ₃) ₃ + 3 NH ₄ OH → 3 NH ₄ NO ₃ + Nd(OH) ₃					Rovnice 10: Nd(OH) ₃			
Reaktanty (počet molekul vody z 3.3 TGA)				→	Produkty			
Nd(NO ₃) ₃ · 6H ₂ O (g)	n (mol)	n NH ₄ OH (mol)	V NH ₄ OH 14 % (ml)	Poměr	Nd(OH) ₃ (g)	n (mol)	Teoretický výtěžek (g)	Procentuální výtěžek
0,704	0,0016	0,0048	1,13	1 : 1	0,273	0,0014	0,312	87,50

3.3 TGA

Termogravimetrická analýza byla provedena přístrojem TGA Q500 se všemi vzorky dusičnanů v atmosféře syntetického vzduchu o průtoku 60,0 ml/min. Byla důležitým indikátorem ke zjištění počtu molekul H₂O vázaných v krystalech dusičnanů. Jelikož při rozkladu dusičnanů lanthanoidů nevzniká hned oxid, ale v našem případě (rozklad do 500 °C) oxid-dusičnan lanthanoidu [Patil, 1967], nebylo možné počítat úbytky hmotnosti zpětně od oxidu. Nebylo totiž známo konečné složení vzorku po TGA. Proto byly pro jednotlivé dusičnany sestrojeny tabulky procentuálního úbytku hmotnosti vody.

Tabulka 12: Molekulové hmotnosti *n* hydrátů dusičnanů lanthanoidů

Hydráty	M La(NO ₃) ₃	M Er(NO ₃) ₃	M Ce(NO ₃) ₃	M Gd(NO ₃) ₃	M Nd(NO ₃) ₃
0	324,92	353,27	326,13	343,26	330,25
1	342,94	371,29	344,15	361,28	348,27
2	360,95	389,30	362,16	379,29	366,28
3	378,97	407,32	380,18	397,31	384,30
4	396,98	425,33	398,19	415,32	402,31
5	415,00	443,35	416,21	433,34	420,33
6	433,01	461,36	434,22	451,35	438,34

Molekulové hmotnosti uvedeny v g/mol.

Tabulka 13: Procentuální zastoupení vody v *n* hydrátech dusičnanů lanthanoidů

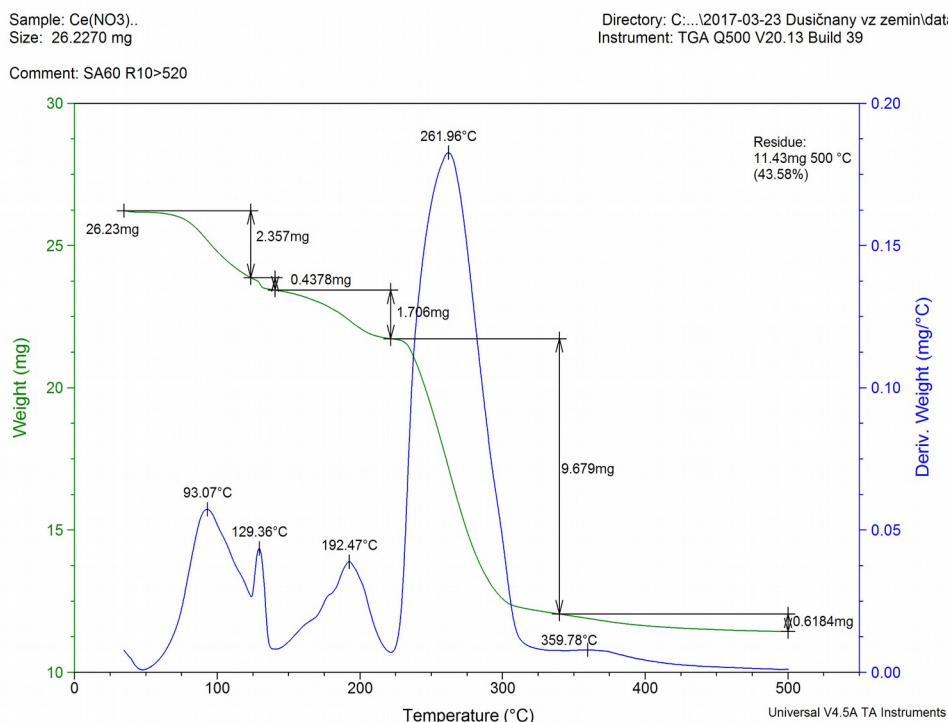
Počet vod	% H ₂ O	% H ₂ O	% H ₂ O	% H ₂ O	% H ₂ O
	La(NO ₃) ₃ · <i>n</i> H ₂ O	Er(NO ₃) ₃ · <i>n</i> H ₂ O	Ce(NO ₃) ₃ · <i>n</i> H ₂ O	Gd(NO ₃) ₃ · <i>n</i> H ₂ O	Nd(NO ₃) ₃ · <i>n</i> H ₂ O
0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
1	5,25	4,85	5,23	4,99	5,17
2	9,98	9,26	9,95	9,50	9,84
3	14,26	13,27	14,22	13,60	14,06
4	18,15	16,94	18,10	17,35	17,91
5	21,71	20,32	21,64	20,79	21,43
6	24,96	23,43	24,89	23,95	24,66

Porovnáním tabulky procentuálního zastoupení vody v *n* hydrátech a jednotlivých tabulek úbytku hmotností ve vzorcích byly zjištěny pravděpodobné hodnoty procentuálních úbytků za ideálního stavu, respektive počty krystalických vod, které zastupují (zeleně podbarvené).

3.3.1 TGA Ce(NO₃)₃

Z souboru vyexportovaného z TGA ve formátu (.png) byla ručně přepsána data a vyvedena do následující tabulky. Tmavě byla oddělena čísla, která souvisejí už s rozkladem samotného dusičnanu, modře vyznačena čísla související s odcházením vody.

Ilustrace 2: TGA dusičnanu ceritého



Tabulka 14: TGA dusičnanu ceritého – úbytek hmotnosti

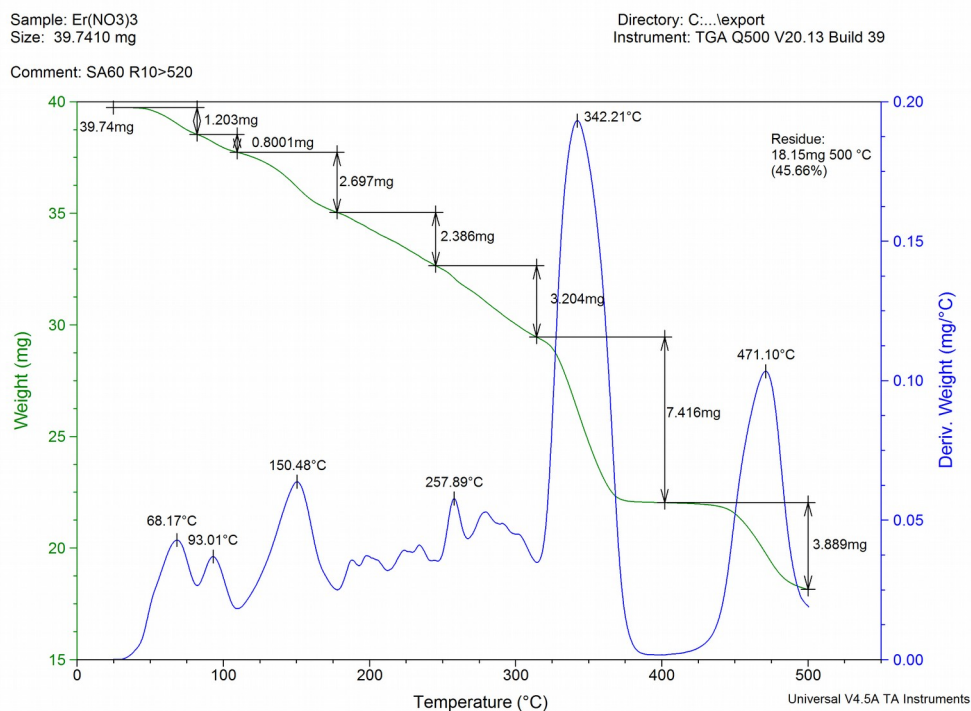
	úbytky	Teplota [°C]	Úbytky při TGA [mg]	[%]	kumulativně
	počátek	26,00	26,227	0,00	0,00
	1.	93,07	2,357	8,99	8,99
	2.	129,36	0,438	1,67	10,66
	3.	192,47	1,706	6,50	17,16
	4.	261,96	9,679	36,90	54,07
	5.	359,78	0,618	2,36	56,42

Z TGA vyplývá, že byl připraven tetrahydrát dusičnanu ceritého. Teplota 192 °C se může na vypařování vody zdát příliš vysoká, nicméně jde o hodnotu vrcholu píku. Vypařování této krystalové vody bylo zahájeno už někde okolo 145 °C.

3.3.2 TGA Er(NO₃)₃

Termogravimetrická analýza u dusičnanu erbitého už byla poněkud méně jednoznačná. Z následujícího obrázku je zřejmé, že k úbytku hmotnosti docházelo kontinuálně téměř po lineární křivce, s občasnou větší výchylkou.

Ilustrace 3: TGA dusičnanu erbitého



Tabulka 15: TGA dusičnanu erbitého - úbytek hmotnosti

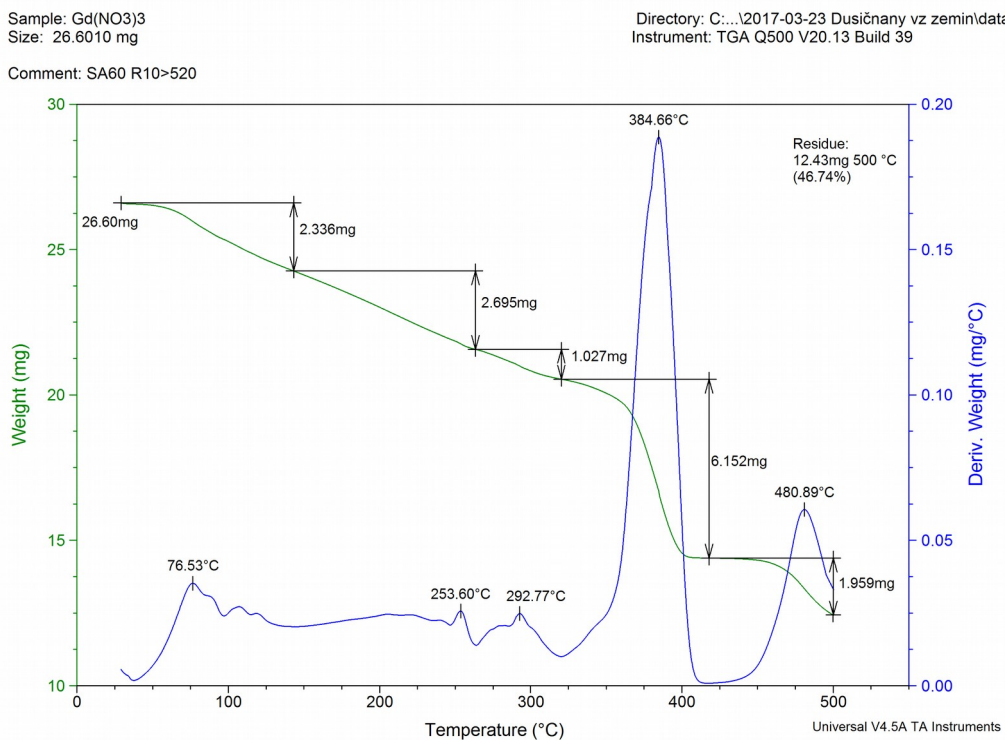
	úbytky	Teplota [°C]	Úbytky při TGA [mg]	[%]	kumulativně
	počátek	26,00	39,741	0,00	0,00
	1.	68,17	1,203	3,03	3,03
	2.	93,01	0,800	2,01	5,04
	3.	150,48	2,697	6,79	11,83
	4.	257,89	2,386	6,00	17,83
	5.	cca 310	3,204	26,72	25,89
	6,	342,21	7,416	26,72	44,55
	7.	471,10	3,889	9,79	54,34

Poslední větší pík před masivním úbytkem hmotnosti se objevil na teplotě 257 °C. Tato teplota byla považována za poslední hranici před počátkem rozkladu samotného dusičnanu a proto úbytek s ní spojený byl ještě přiřazen k odcházející vodě. Bylo tak rozhodnuto na základě derivační křivky, která začíná stoupat už okolo 175 °C, ale proces nemohl být plynule dokončen, protože teplota v přístroji byla zvyšována neustále. Z TGA tedy vyplývá že byl připraven pentahydrát dusičnanu erbitého. Pokud bychom uvažovali nevýrazné píky až do teploty 310 °C, mohlo by se jednat o hexahydrát, ale tato teplota je už na odchod krystalové vody vysoká.

3.3.3 TGA Gd(NO₃)₃

Termogravimetrická analýza dusičnanu gadolinitého byla podobně složitá jako u dusičnanu erbitého. Znovu byla křivka úbytku hmotnosti podobná lineární křivce bez větších schodů, které by jednoznačně ohraničovaly proběhlé změny. Znovu tak byl použit poslední výrazný pík před velkým úbytkem hmotnosti spojeným s rozkladem dusičnanu a to pík na teplotě 292 °C.

Ilustrace 4: TGA dusičnanu gadolinitého



Tabulka 16: TGA dusičnanu gadolinitého - úbytky hmotnosti

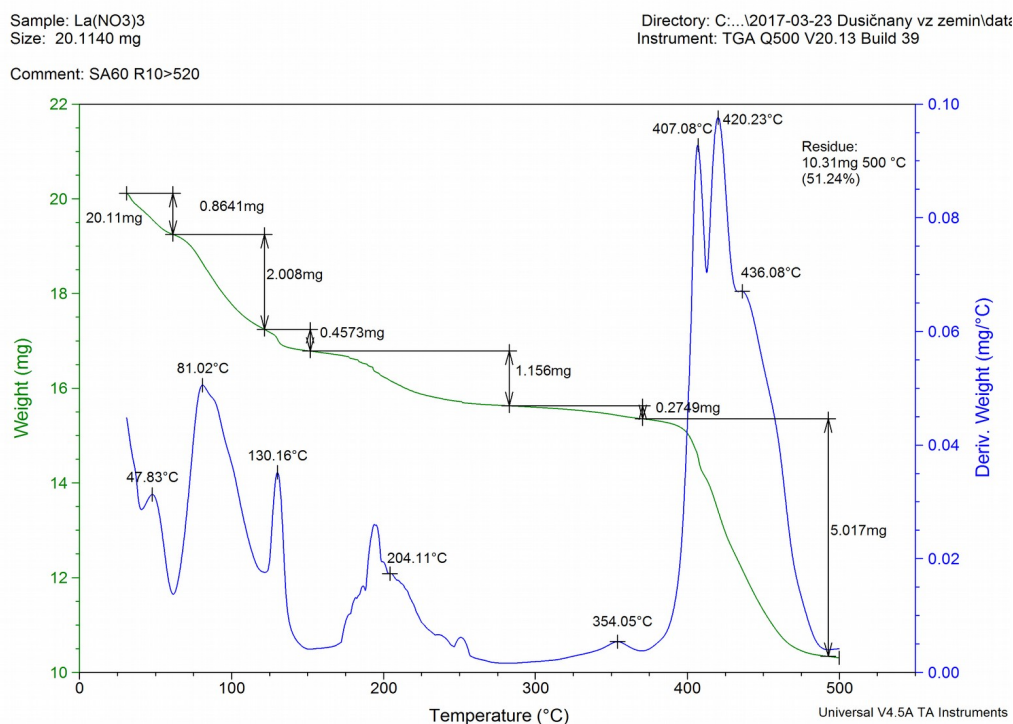
	úbytky	Teplota [°C]	Úbytky při TGA [mg]	[%]	kumulativně
	počátek	26,00	26,601	0,00	0,00
	1.	76,53	2,336	8,78	8,78
	2.	253,60	2,695	10,13	18,91
	3.	292,77	1,027	3,86	22,77
	4.	384,66	6,152	23,13	45,90
	5.	480,89	1,959	7,36	53,26

U TGA dusičnanu gadolinitého byla možnost, že se jedná o hexahydrát, jelikož 3. úbytek také ještě nebyl tak velký. Po spektrální analýze bylo však ze struktury píků zjištěno, že se jedná s největší pravděpodobností o pentahydrát a proto byl 3. úbytek označen již jako počínající rozklad dusičnanu.

3.3.4 TGA La(NO₃)₃

Při analýze vzorku dusičnanu lanthanitého došlo k rychlému poklesu hmotnosti, který se zastavil za teplotou 130 °C. Znovu ubývání vzorku započalo okolo 175 °C, ale vzhledem k jasnému přerušení procesu a po zhlédnutí spekter, byl tento a další píky označeny jako rozklad dusičnanu.

Ilustrace 5: TGA dusičnanu lanthanitého



Tabulka 17: TGA dusičnanu lanthanitého - úbytky hmotnosti

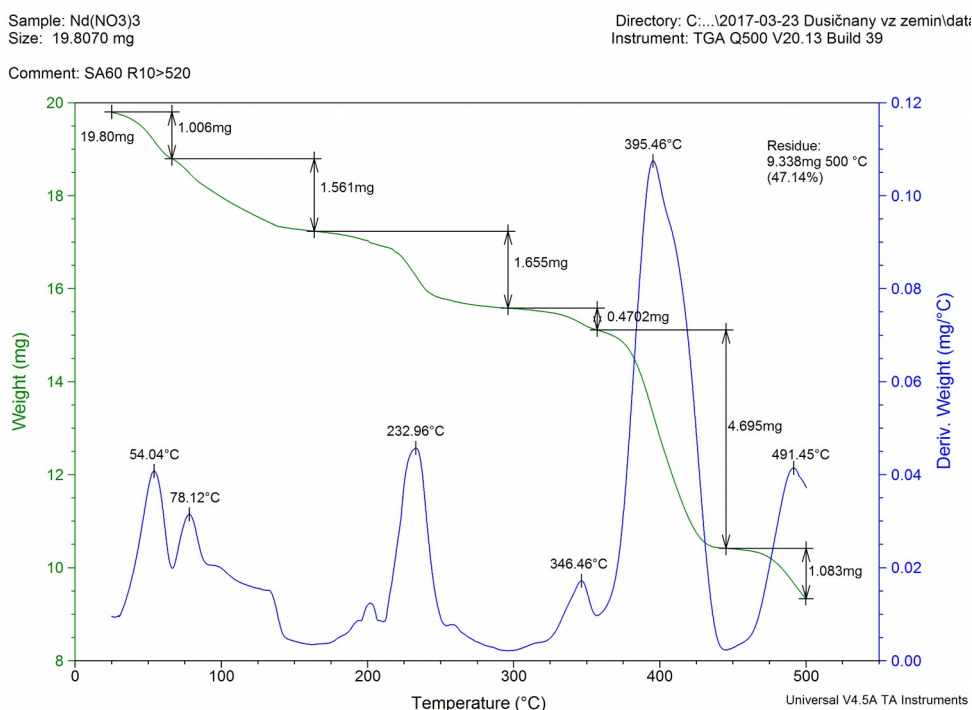
	úbytky	Teplota [°C]	Úbytky z TGA [mg]	[%]	kumulativně
	počátek	26,00	20,114	0,00	0,00
	1.	47,83	0,864	4,30	4,30
	2.	81,02	2,008	9,98	14,28
	3.	130,16	0,457	2,27	16,55
	4.	204,11	1,156	5,75	22,30
	5.	354,05	0,275	1,37	23,67
	6.	420,23	5,017	24,94	48,61

Z TGA dusičnanu lanthanitého bylo i za pomoci spekter zjištěno, že zkoumaný vzorek je tetrahydrát. Kromě spekter bylo také přihlédnuto k možnosti, že 1. úbytek se může týkat vzdušné vlhkosti a 4. úbytek by mohl ještě patřit k odcházející krystalové vodě. Kumulativně by pak odešlo 18 % hmotnosti, což dává stejný výsledek.

3.3.5 TGA Nd(NO₃)₃

Vyhodnocení termogravimetrické analýzy dusičnanu neodymitého bylo také velmi obtížné. Křivka TGA odhaluje několik izolovaných úbytků hmotnosti a pík s teplotou 346 °C začíná růst už okolo 300 °C.

Ilustrace 6: TGA dusičnanu neodymitého



Tabulka 18: TGA dusičnanu neodymitého - úbytky hmotnosti

	úbytky	Teplota [oC]	Úbytky z TGA [mg]	[%]	kumulativně
	počátek	26,00	19,807	0,00	0,00
	1.	54,04	1,006	5,08	5,08
	2.	78,12	1,561	7,88	12,96
	3.	232,96	1,655	8,36	21,32
	4.	346,46	0,470	2,37	23,69
	5.	395,46	4,695	23,70	47,39
	6.	491,45	1,083	5,47	52,86

Nakonec s přihlédnutím především k výsledkům ze spektrálních analýz byl dusičnan neodymitý identifikován jako hexahydrát. Dalším indikátorem, že by se mělo jednat o hexahydrát byl i postup při přípravě sloučeniny, který probíhal za nízkých teplot a za těch by nemělo dojít k žádným nezvyklým modifikacím.

3.4 DSC

Analýza DSC byla prováděna na přístroji Mettler Toledo DSC 1 v atmosféře syntetického vzduchu, použitá rychlost ohřevu byla 10 °C/min., zahřívání probíhalo ve dvou cyklech: 1) do 190 °C následném chladnutí a 2) ohřevu na 400 °C. Data byla vyhodnocena pomocí příkazu DSC/Purity Plus v obslužném software. Podrobné informace k analýze čistoty pomocí DSC uvádí např. [ARAÚJO, 2010], problematiku stanovení teploty tání DSC shrnuje [BARRALL, 1973]. Záznamy měření jsou uvedeny v příloze. Shrnutí a přepis důležitých informací uvádí tabulka.

Tabulka 19: Souhrn výsledků DSC (teploty tání)

Zkoumaná látka / Parametr	Ce(NO ₃) ₃ ·4H ₂ O	Er(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O	Gd(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O	La(NO ₃) ₃ ·4H ₂ O	Nd(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O
Navážka [mg]	12,77	17,03	18,08	14,81	17,22
Teplota tání [°C]	60,3 97,4	83,6	95,1	72,0	76,0
Teplota tání 10 % [°C] ¹⁾	55,5	77,0	94,4	65,8	71,7
Doporučená rychlost ohřevu [°C/min]	1,0	1,3	0,1	1,2	0,9
Molekulová hmotnost [g/mol]	398,19	443,35	433,34	396,98	438,34

¹⁾ Teplota při které roztaje 10 % vzorku, odpovídá 10 % plochy píku od počátku tání

Přesnost stanovení teploty tání je dána rychlostí ohřevu, vzhledem k odhadům doporučených rychlostí ohřevu, které by měly být minimálně desetkrát nižší než použité, je nutné uvedené teploty

tání brát jako hrubé odhady. Pro porovnání jsou zde teploty tání pro hydráty dusičnanů lanthanoidů z článků [Friend, 1935], [Quill, 2008] a tabulek [Březina, 1986].

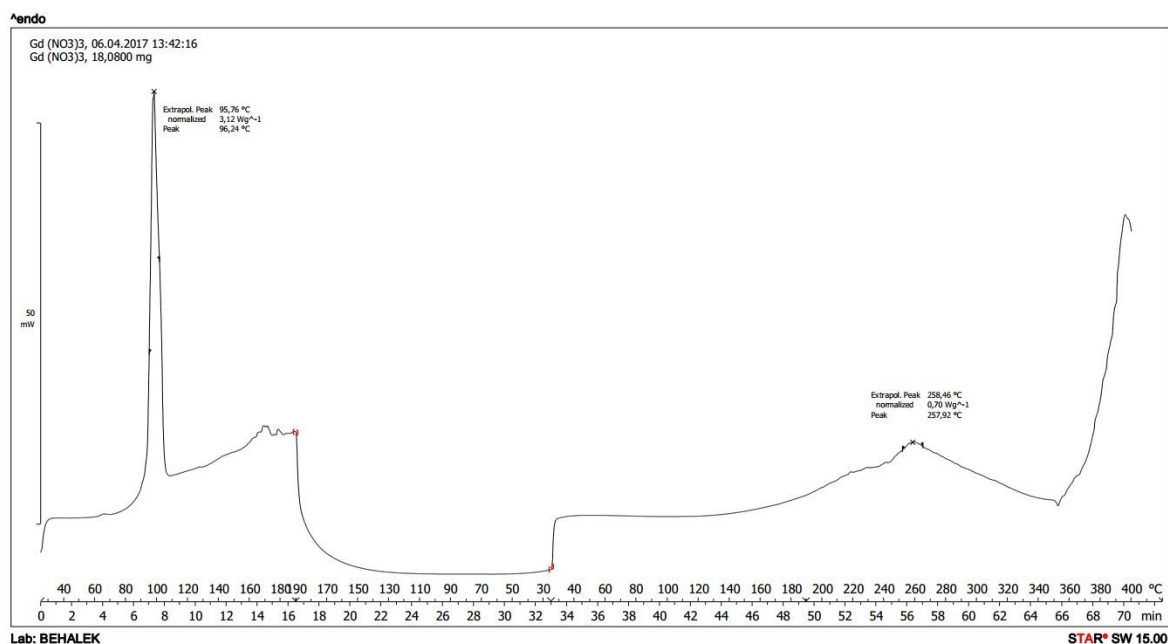
Tabulka 20: Porovnání teplot tání dusičnanů

Sloučenina	Teplota tání [°C]			
	[Friend, 1935]	[Quill, 2008]	[Březina, 1986]	Tato práce
Ce(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	–	51,4	96	60,3 97,4 (tetrahydrát)
Er(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O	–	–	80	83,6
Gd(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	–	87,0	91	95,1 (pentahydrát)
La(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	65,4	66,5	40	72,0 (tetrahydrát)
Nd(NO ₃) ₃ ·6H ₂ O	67,5	64,1	–	76,0

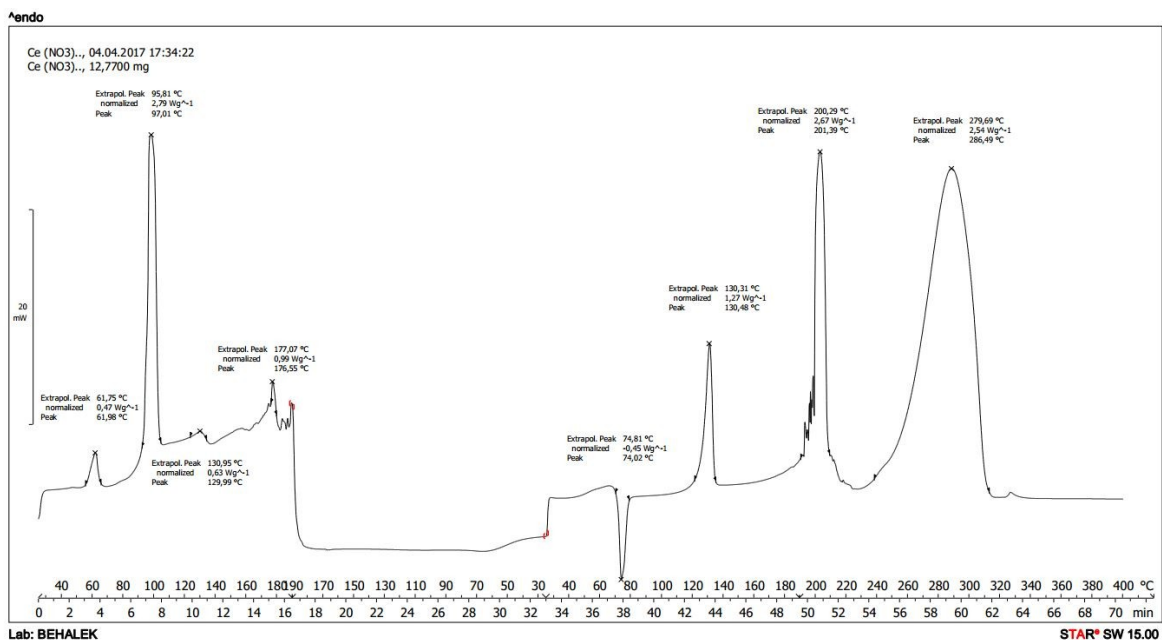
Z Tabulky 20 vidíme, že změřené teploty tání jsou soustavně vyšší o 6–10 °C, než hodnoty uvedené ve člancích. To může souviset s vysokou rychlostí nárůstu teploty, která vede k vyšším teplotám tání [MARTI, 1972]. Také je potřeba připomenout, že pouze dusičnan neodymitý je podle TGA hexahydrát, naše ostatní vzorky mají jiný počet krystalových vod. Dusičnan ceritý, gadolinitý a lanthanitý jsou podle [Březina, 1986] hygroskopické. Každopádně teploty tání z článků a tabulek neodpovídají ani navzájem, kromě Gd(NO₃)₃·6H₂O. Pokud porovnáme údaje pro Ce(NO₃)₃·6H₂O, Er(NO₃)₃·5H₂O, Gd(NO₃)₃·6H₂O z [Březina, 1986] je shoda vyhovující (u Ce(NO₃)₃ uvažujeme teplotu tání pro druhý pík).

Jako ukázka záznamu měření následuje DSC hydrátu dusičnanu gadolinitého a ceritého.

Ilustrace 7: DSC pentahydrát dusičnanu gadolinitého

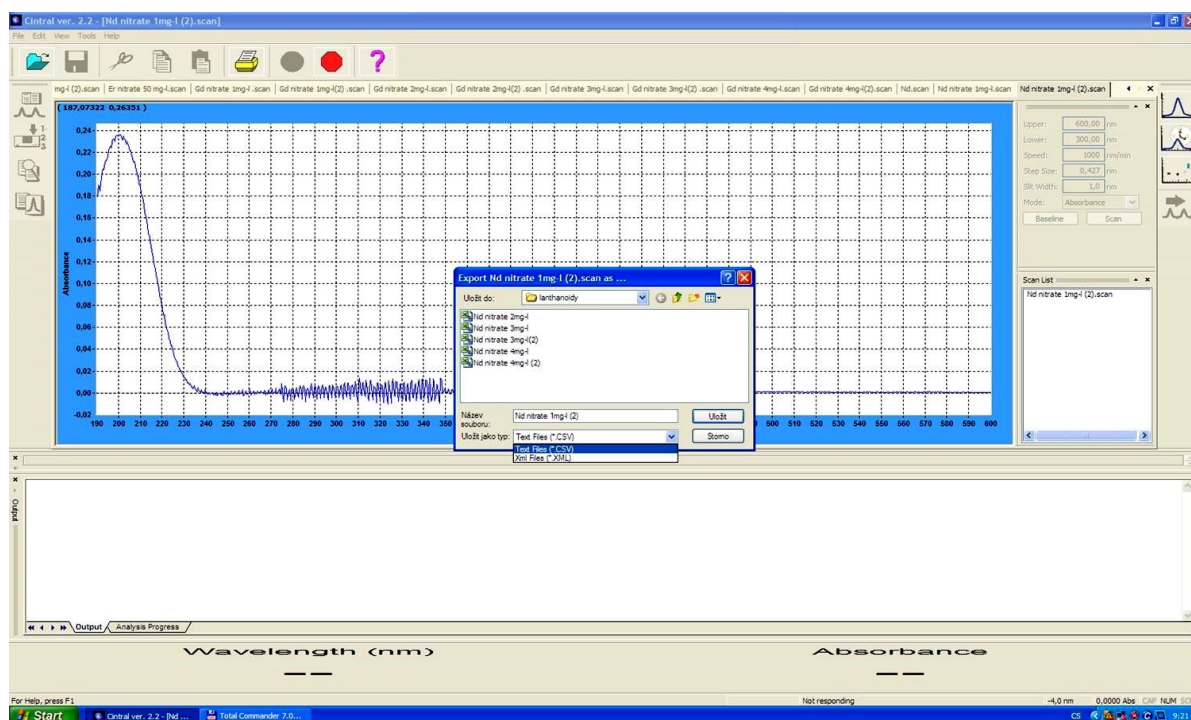


Ilustrace 8: DSC tetrahydrát dusičnanu ceritého



Spektra byla změřena na dvoupraprskovém spektrometru Cintra 202 pro viditelnou a ultrafialovou oblast. Všechny získané soubory (nativní formát *.scan a univerzální *.csv) jsou obsaženy v Příloze. Spektra byla vyhodnocena pomocí software *SpectraGryph* [MENGES, 2017], který je volně dostupný pro nekomerční použití. Zobrazená spektra jsou korigována na základní linii. UV/VIS spektra dusičnanů znázorňují následující obrázky.

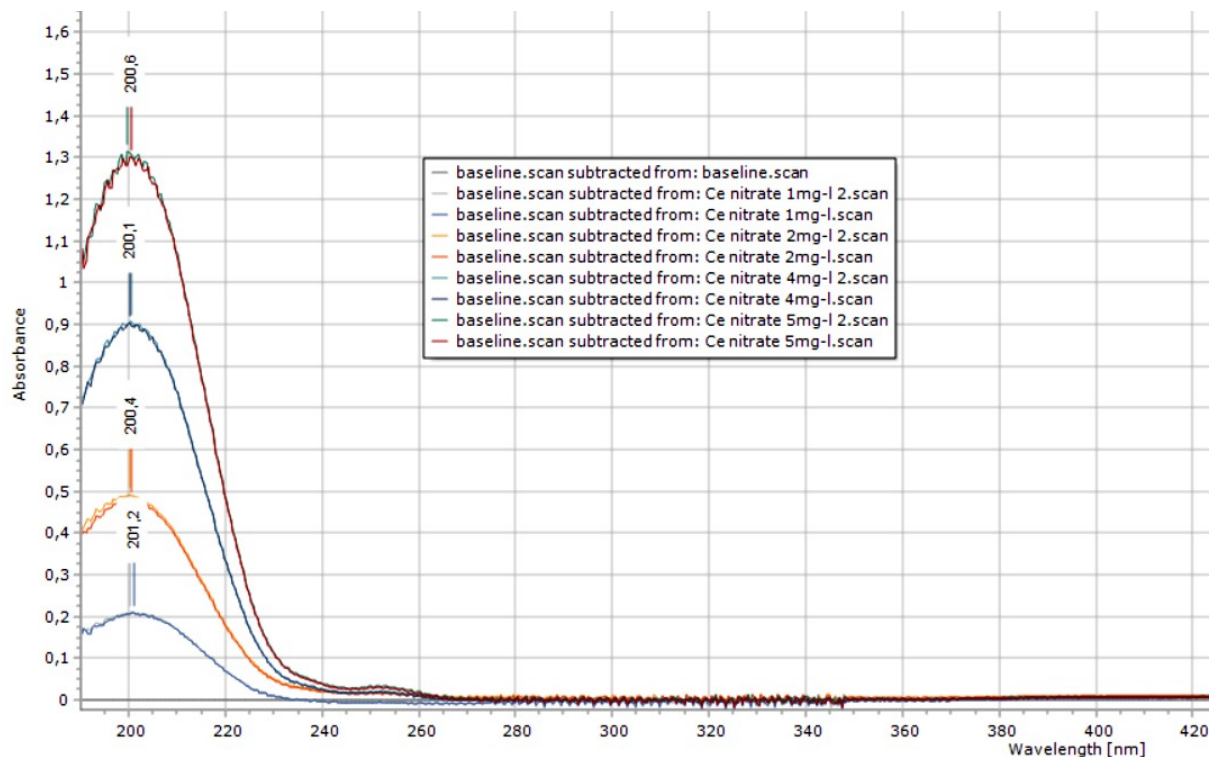
Ilustrace 9: Export souborů z UV/VIS spektrometru Cintra



3.5.1 UV/VIS $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$

Zde je obrázek UV/VIS spekter. Koncentrace uvedené v názvu spekter jsou pouze orientační, Jelikož při přípravě roztoků byl použit tetrahydrát. Reálné koncentrace jsou uvedeny v tabulce pod obrázkem.

Ilustrace 10: UV/VIS dusičnanu ceritého



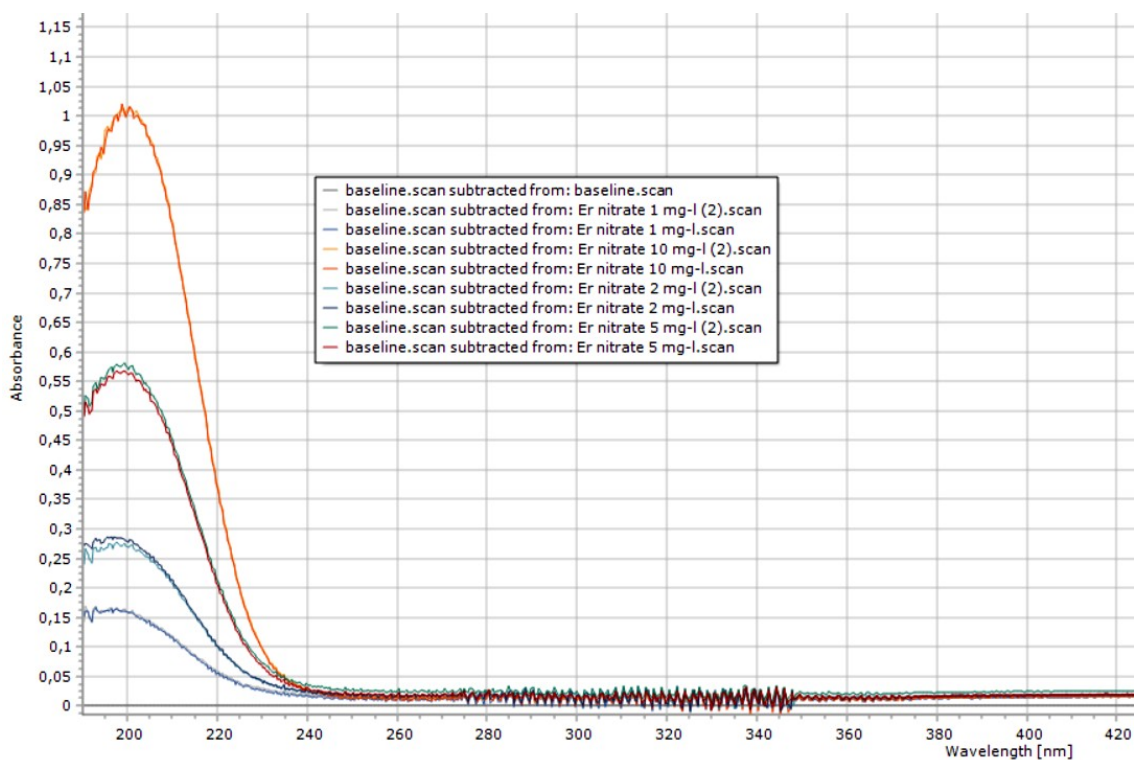
Tabulka 21: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu ceritého

tetrahydrát c [mg/l]	tetrahydrát M [g/mol]	bezvodý M [g/mol]	Ce dusičnan c [mol/l]	reálná c Ce dusičnanu c [mg/l]
1	398,19	326,13	2,51E-06	0,819
2			5,02E-06	1,638
4			1,00E-05	3,276
5			1,26E-05	4,095

3.5.2 UV/VIS Er(NO₃)₃

Zde je obrázek UV/VIS spekter. Koncentrace uvedené v názvu spekter jsou pouze orientační, Jelikož při přípravě roztoků byl použit pentahydrát. Reálné koncentrace jsou uvedeny v tabulce pod obrázkem.

Ilustrace 11: UV/VIS dusičnanu erbitého



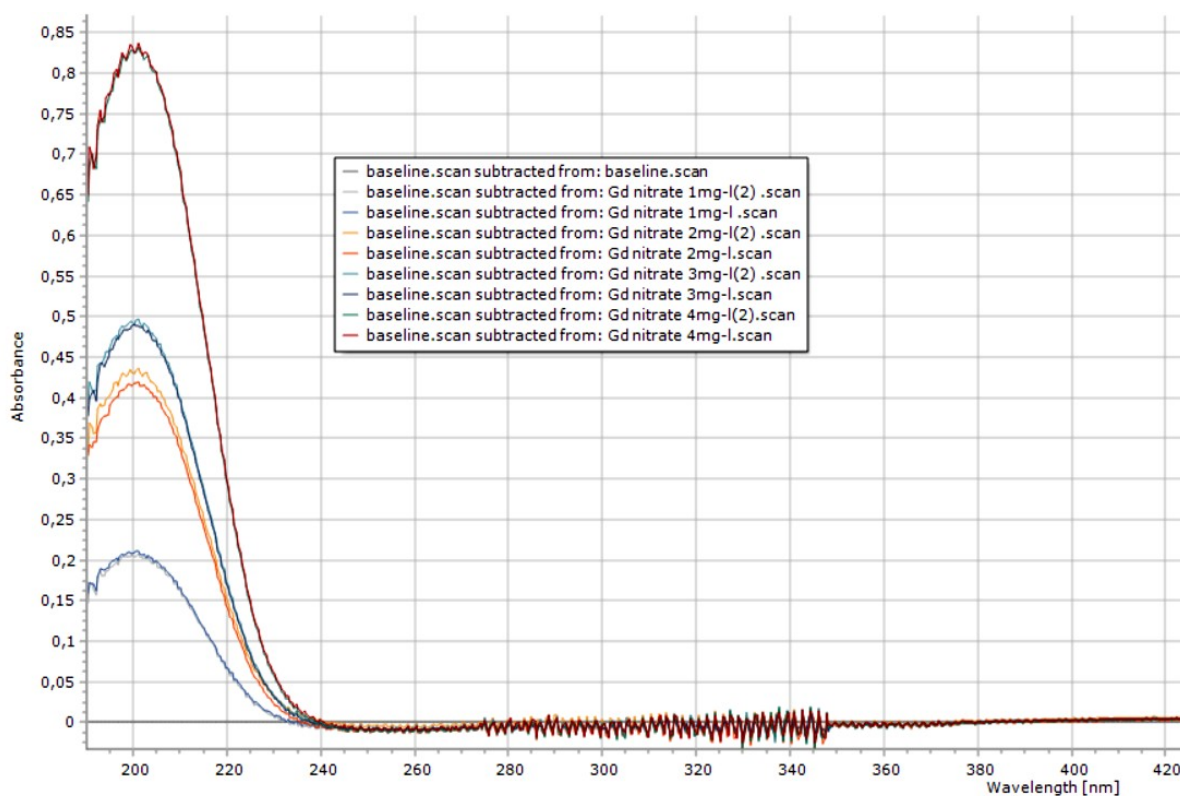
Tabulka 22: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu erbitého

pentahydrát c [mg/l]	pentahydrát M [g/mol]	bezvodý M [g/mol]	Er dusičnan c [mol/l]	reálná c Er dusičnanu c [mg/l]
1	443,35	353,27	2,26E-06	0,797
2			4,51E-06	1,594
5			1,13E-05	3,984
10			2,26E-05	7,968

3.5.3 UV/VIS $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3$

Zde je obrázek UV/VIS spekter. Koncentrace uvedené v názvu spekter jsou pouze orientační, Jelikož při přípravě roztoků byl použit pentahydrát. Reálné koncentrace jsou uvedeny v tabulce pod obrázkem.

Ilustrace 12: UV/VIS dusičnanu gadolinitého



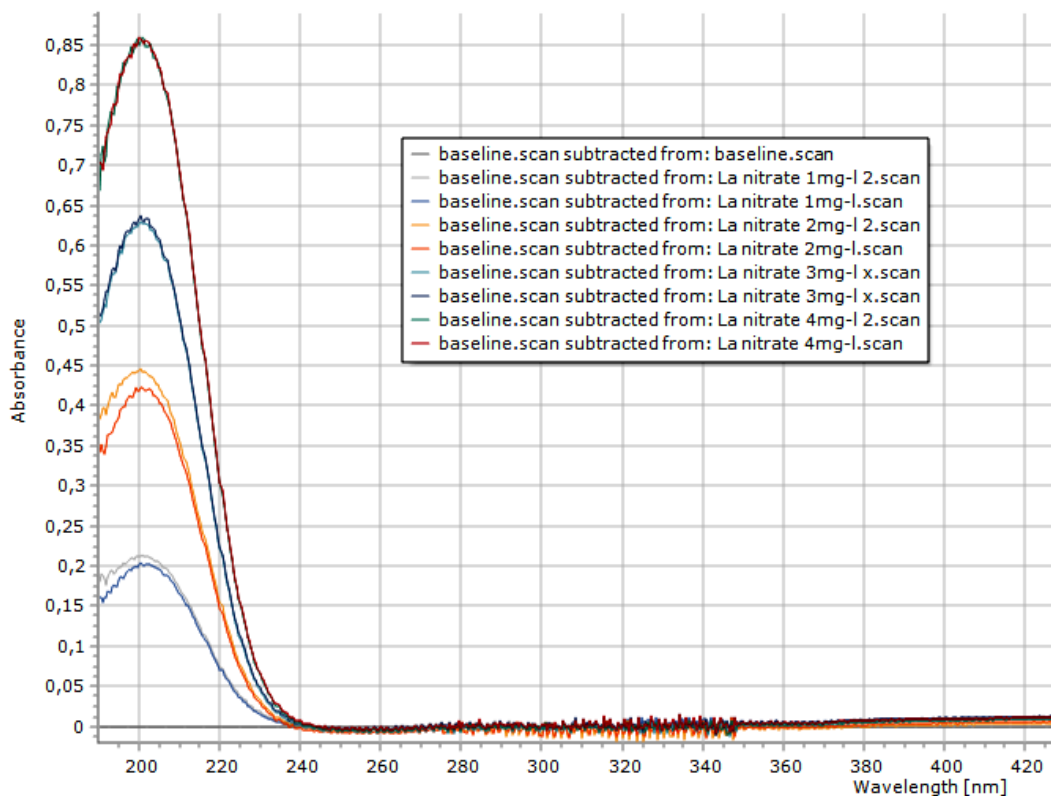
Tabulka 23: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu gadolinitého

pentahydrát	pentahydrát	bezvodý	Gd dusičnan	reálná c Gd dusičnanu
c [mg/l]	M [g/mol]	M [g/mol]	c [mol/l]	c [mg/l]
1	433,34	343,26	2,31E-06	0,792
2			4,62E-06	1,584
3			6,92E-06	2,376
4			9,23E-06	3,169

3.5.4 UV/VIS $\text{La}(\text{NO}_3)_3$

Zde je obrázek UV/VIS spekter. Koncentrace uvedené v názvu spekter jsou pouze orientační, Jelikož při přípravě roztoků byl použit pentahydrát. Reálné koncentrace jsou uvedeny v tabulce pod obrázkem.

Ilustrace 13: UV/VIS dusičnanu lanthanitého



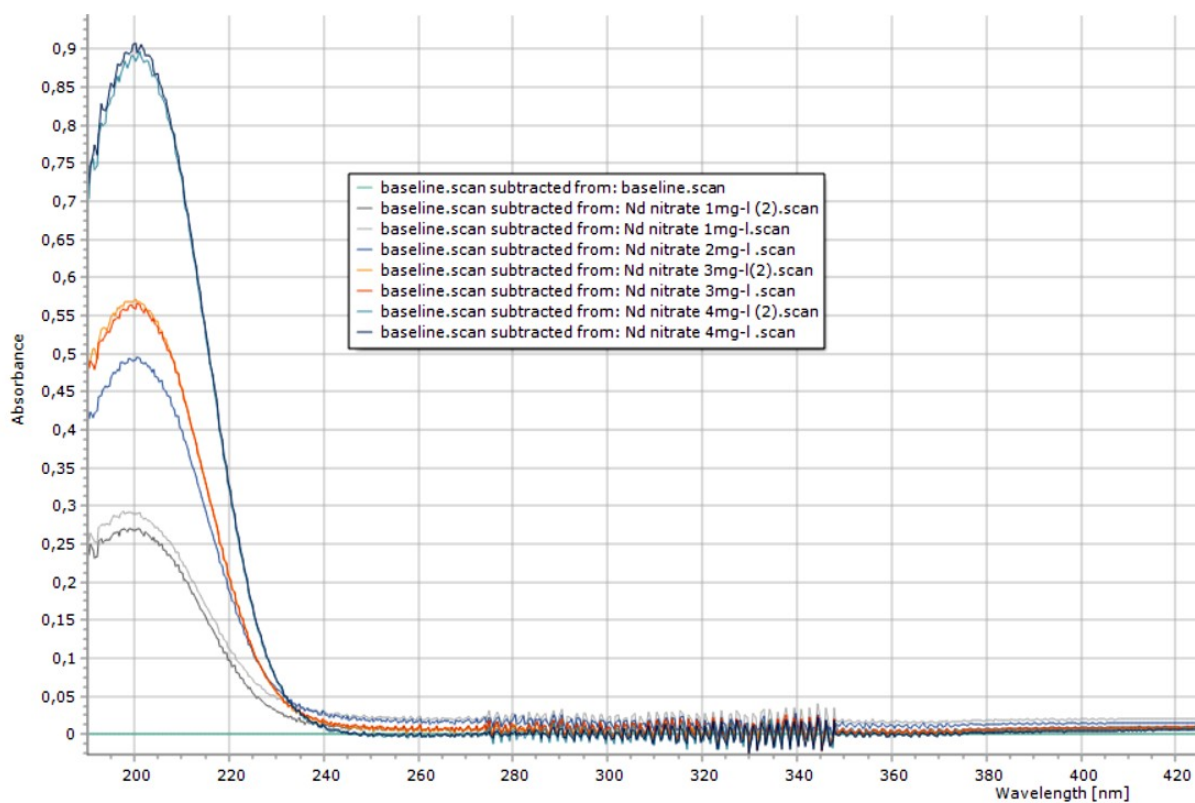
Tabulka 24: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu lanthanitého

tetrahydrát c [mg/l]	tetrahydrát M [g/mol]	bezvodý M [g/mol]	La dusičnan c [mol/l]	reálná c La dusičnanu c [mg/l]
1	396,98	324,92	2,52E-06	0,818
2			5,04E-06	1,637
3			7,56E-06	2,455
4			1,01E-05	3,274

3.5.5 UV/VIS $\text{Nd}(\text{NO}_3)_3$

Zde je obrázek UV/VIS spekter. Koncentrace uvedené v názvu spekter jsou pouze orientační, Jelikož při přípravě roztoků byl použit hexahydrát. Reálné koncentrace jsou uvedeny v tabulce pod obrázkem.

Ilustrace 14: UV/VIS dusičnanu neodymitého



Tabulka 25: Výpočet reálné koncentrace dusičnanu neodymitého

Hexahydrát	hexahydrát	bezvodý	Nd dusičnan	reálná c Nd dusičnanu
c [mg/l]	M [g/mol]	M [g/mol]	c [mol/l]	c [mg/l]
1	438,34	330,25	2,28E-06	0,753
2			4,56E-06	1,507
3			6,84E-06	2,260
4			9,13E-06	3,014

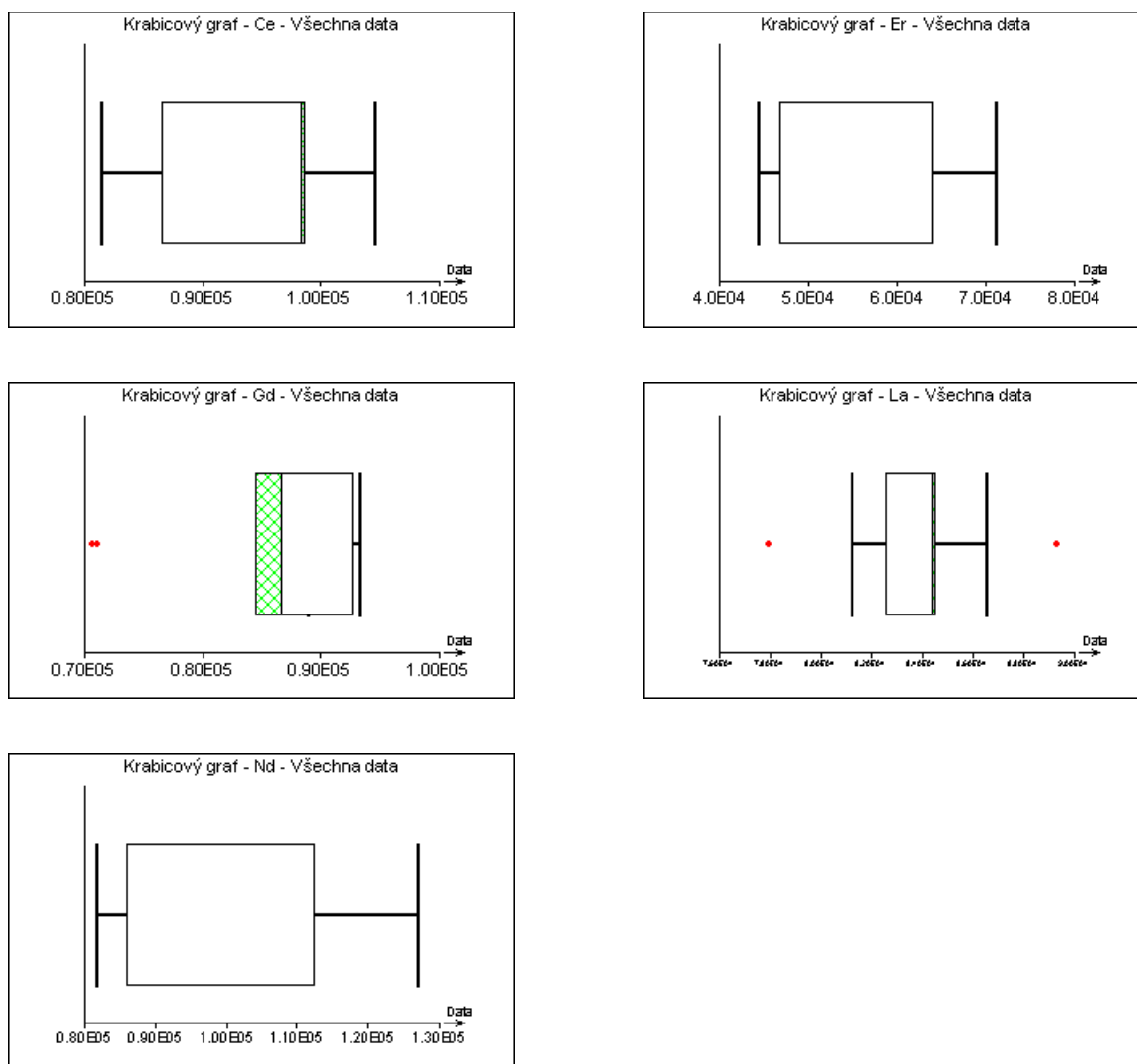
3.5.6 Výpočty molárního absorpčního koeficientu

Výpočty byly provedeny a grafy vytvořeny pomocí programu QC Expert 3.3 [TriloByte Statistical Software]. Všechny protokoly z programu QC Expert jsou přiloženy na CD-ROM.

Tabulka 26: Vyhodnocení UV/VIS spekter

Sloučenina	c hydrátu [mg/l]	c bezvodý [mg/l]	c [mol/l]	Abs 200 nm	$\epsilon = A/c$ [l mol ⁻¹ cm ⁻¹]	Vrchol píku [nm]	Pološířka [nm]	Abs max
Ce(NO ₃) ₃	1	0,819	2,51E-06	0,2085	83 014,88	200,6	28,8	0,2105
Ce(NO ₃) ₃	1	0,819	2,51E-06	0,2045	81 442,03	201,2	28,1	0,2082
Ce(NO ₃) ₃	2	1,638	5,02E-06	0,4891	97 371,67	200,2	36,0	0,4908
Ce(NO ₃) ₃	2	1,638	5,02E-06	0,4791	95 390,66	200,5	37,2	0,4808
Ce(NO ₃) ₃	4	3,276	1,00E-05	0,9008	89 670,65	200,5	26,9	0,9083
Ce(NO ₃) ₃	4	3,276	1,00E-05	0,9011	89 701,51	200,2	34,8	0,9019
Ce(NO ₃) ₃	5	4,095	1,26E-05	1,3132	104 580,92	200,4	41,1	1,3145
Ce(NO ₃) ₃	5	4,095	1,26E-05	1,2899	102 725,35	200,6	26,9	1,3017
Er(NO ₃) ₃	1	0,797	2,26E-06	0,1606	71 183,70	191,1	25,8	0,1698
Er(NO ₃) ₃	1	0,797	2,26E-06	0,1593	70 620,65	193,1	28,0	0,1666
Er(NO ₃) ₃	2	1,594	4,51E-06	0,2706	59 993,63	197,8	27,6	0,2782
Er(NO ₃) ₃	2	1,594	4,51E-06	0,2797	61 993,13	197,4	35,8	0,2874
Er(NO ₃) ₃	5	3,984	1,13E-05	0,5741	50 906,81	199,2	28,9	0,5808
Er(NO ₃) ₃	5	3,984	1,13E-05	0,5633	49 948,29	199,3	30,0	0,5693
Er(NO ₃) ₃	10	7,968	2,26E-05	1,0106	44 804,59	200,5	26,8	1,0164
Er(NO ₃) ₃	10	7,968	2,26E-05	1,0034	44 485,38	198,9	30,4	1,0203
Gd(NO ₃) ₃	1	0,792	2,31E-06	0,2054	89 024,63	200,9	26,5	0,2077
Gd(NO ₃) ₃	1	0,792	2,31E-06	0,2084	90 302,97	200,7	27,3	0,2117
Gd(NO ₃) ₃	2	1,584	4,62E-06	0,4309	93 364,49	201,0	27,9	0,4361
Gd(NO ₃) ₃	2	1,584	4,62E-06	0,4159	90 112,30	200,9	29,8	0,4197
Gd(NO ₃) ₃	3	2,376	6,92E-06	0,4918	71 035,39	201,0	28,7	0,4966
Gd(NO ₃) ₃	3	2,376	6,92E-06	0,4892	70 658,39	200,5	28,9	0,4896
Gd(NO ₃) ₃	4	3,169	9,23E-06	0,8264	89 530,55	201,0	28,8	0,8314
Gd(NO ₃) ₃	4	3,169	9,23E-06	0,8290	89 810,05	201,0	28,2	0,8369
Nd(NO ₃) ₃	1	0,753	2,28E-06	0,2684	117 633,37	199,6	29,0	0,2709
Nd(NO ₃) ₃	1	0,753	2,28E-06	0,2898	127 022,65	198,0	30,9	0,2926
Nd(NO ₃) ₃	2	1,507	4,56E-06	0,4911	107 632,61	200,6	34,0	0,4955
Nd(NO ₃) ₃	3	2,260	6,84E-06	0,5698	83 255,70	200,1	33,7	0,5709
Nd(NO ₃) ₃	3	2,260	6,84E-06	0,5600	81 823,78	200,7	35,4	0,5661
Nd(NO ₃) ₃	4	3,014	9,13E-06	0,8882	97 328,29	201,0	29,2	0,8959
Nd(NO ₃) ₃	4	3,014	9,13E-06	0,9063	99 311,79	200,2	31,6	0,9075
La(NO ₃) ₃	1	0,818	2,52E-06	0,2096	83 219,22	201,0	29,7	0,2110
La(NO ₃) ₃	1	0,818	2,52E-06	0,2047	81 266,07	201,2	28,6	0,2084
La(NO ₃) ₃	1	0,818	2,52E-06	0,1963	77 939,37	200,8	26,8	0,1994
La(NO ₃) ₃	2	1,637	5,04E-06	0,4500	89 318,84	200,4	41,8	0,4517
La(NO ₃) ₃	2	1,637	5,04E-06	0,4260	84 551,09	201,1	31,0	0,4281
La(NO ₃) ₃	2	1,637	5,04E-06	0,4206	83 487,18	201,2	32,4	0,4255
La(NO ₃) ₃	3	2,455	7,56E-06	0,6224	82 359,09	200,8	49,2	82359,0900
La(NO ₃) ₃	3	2,455	7,56E-06	0,6254	82 753,43	200,6	45,3	82753,4300
La(NO ₃) ₃	4	3,274	1,01E-05	0,8520	84 558,04	201,0	28,9	0,8574
La(NO ₃) ₃	4	3,274	1,01E-05	0,8721	86 549,89	200,1	38,0	0,8732
La(NO ₃) ₃	4	3,274	1,01E-05	0,8523	84 581,86	200,5	26,9	0,8567

Ilustrace 15: Krabicové diagramy pro hodnoty molárního absorpčního koeficientu



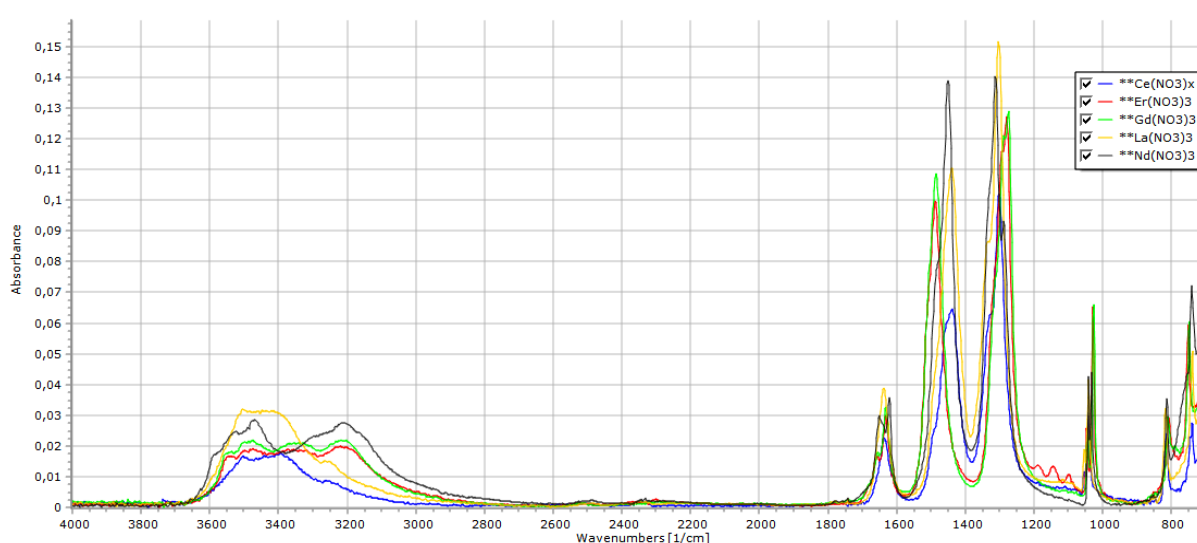
Tabulka 27: Hodnoty molárního absorpčního koeficientu při 200 nm

Molární absorpční koeficient [$\text{l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$]	Ce(NO ₃) ₄	Er(NO ₃) ₃	Gd(NO ₃) ₃	La(NO ₃) ₃	Nd(NO ₃) ₃
Průměr :	92 987	56 742	90 357	83 703	102 001
Spodní mez :	85 860	47 736	88 741	82 510	86 481
Horní mez :	100 115	65 748	91 974	84 895	117 522

3.6 Infračervená spektra dusičnanů

Spektra byla změřena na infračerveném spektrometru s Fourierovou transformací Nicolet iN10 technikou ATR na germaniovém krystalu. Všechny získané soubory (nativní formát *.spa a univerzální *.jdx) jsou obsaženy v Příloze. Spektra byla vyhodnocena pomocí software *SpectraGryf* [MENGES, 2017], který je volně dostupný pro nekomerční použití. Zobrazená spektra jsou korigována na základní linii a pro účely porovnání normalizována na nejintenzivnější pík. Infračervená spektra dusičnanů znázorňuje následující obrázek.

Ilustrace 16: Infračervená spektra příslušných hydrátů dusičnanů



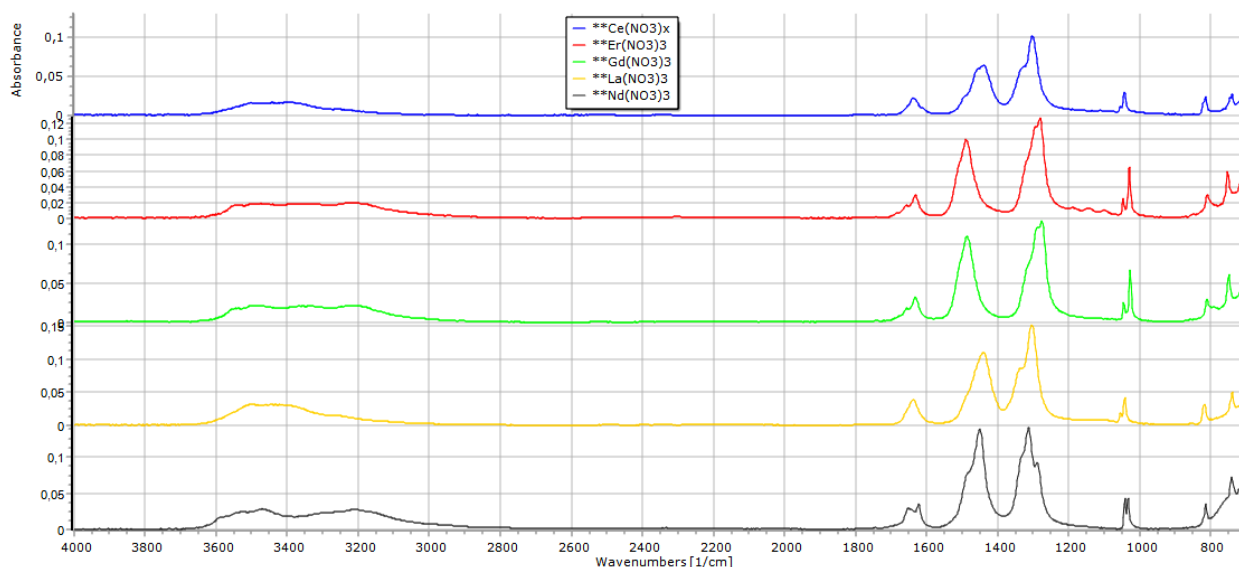
Na první pohled je zřejmé, že všechny dusičnany mají velmi podobná infračervená spektra. Je to i logické z jejich podobnosti, která vyplývá z periodické tabulky. U všech vzorků si můžeme všimnout charakteristických oblastí (přiřazeno podle [NYQUIST, 2012]):

1. široký pás střední intenzity v oblasti okolo 3400 cm⁻¹ (–OH skupina s mezimolekulárními vodíkovými můstky),
2. pík střední intenzity okolo 1630 cm⁻¹ (deformační vibrace H–O–H),
3. dva píky vysoké intenzity v oblastech 1450 cm⁻¹ a 1300 cm⁻¹ (dublet odpovídající –NO₃),
4. pík střední intenzity okolo 1030 cm⁻¹ (skupina –NO₃),
5. pík střední intenzity okolo 810 cm⁻¹ (skupina –NO₃),
6. pík střední intenzity okolo 730 cm⁻¹ (skupina –NO₃).

Píky 1 a 2 potvrzují přítomnost krystalové vody, píky 3–6 ukazují, že se jedná o dusičnan. [NYQUIST, 2012; s. 3]

Pokud zobrazíme spektra nad sebou, jako v Ilustraci 17 můžeme je snadno porovnat.

Ilustrace 17 Infračervená spektra příslušných hydrátů dusičnanů (rozložená)

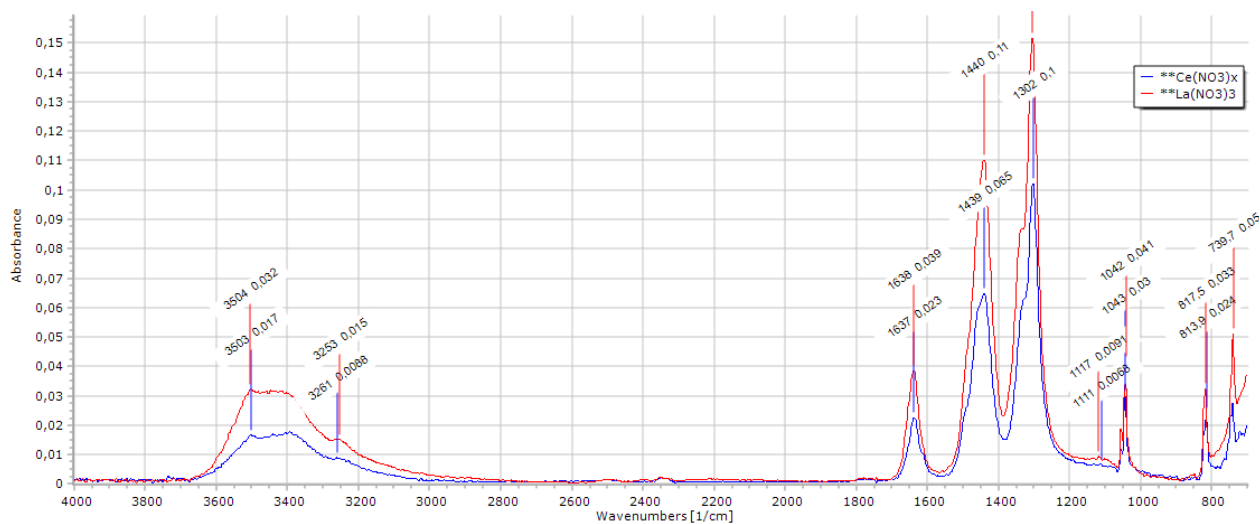


Spektra dusičnanu ceričitého a dusičnanu lanthanitého, u kterých z termogravimetrické analýzy (TGA) předpokládáme, že obsahují 4 krystalové vody, mají pík u 1630 cm^{-1} pouze s jedním vrcholem. Spektra dusičnanu gadolinitého a dusičnanu erbitého, které podle TGA obsahují 5 krystalových vod, mají pík s jedním vrcholem a drobným sedlem u 1655 cm^{-1} . Jedině dusičnan neodymitý, obsahující 6 krystalových vod podle TGA, má ve spektru pás se dvěma vrcholy, jeden u 1650 cm^{-1} a druhý u 1620 cm^{-1} .

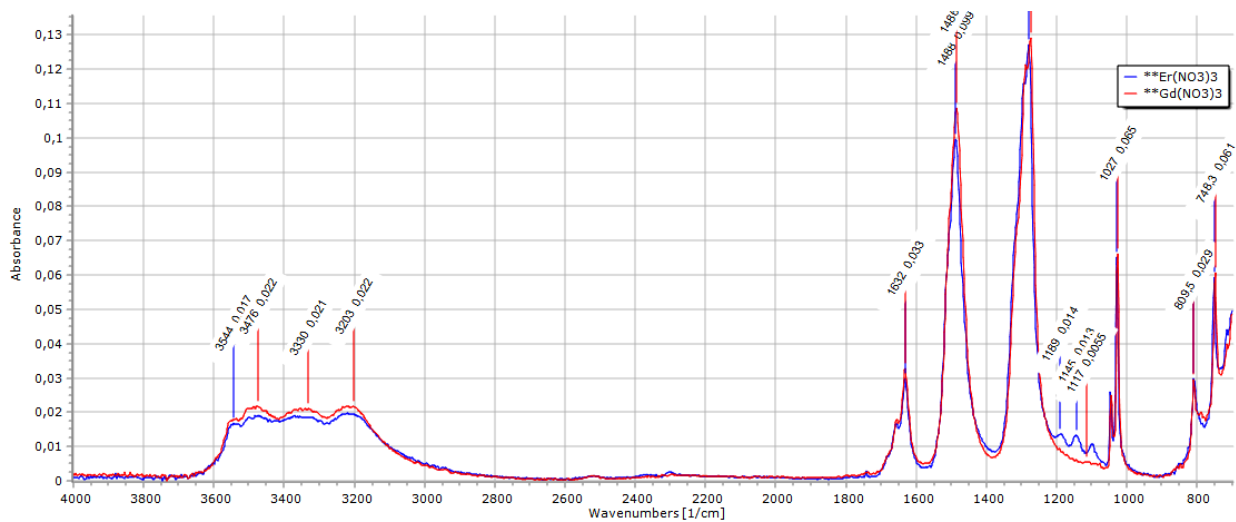
Analogicky tetrahydrát dusičnanu lanthanitého a tetrahydrát dusičnanu ceričitého mají u 3400 cm^{-1} široký pík, podobného tvaru. Pentahydráty dusičnanu gadolinitého a dusičnanu erbitého mají pík plochý, o něco širší s téměř zanedbatelným vrcholem kolem 3200 cm^{-1} . Hexahydrát dusičnanu neodymitého má pás rozdělen na dva vrcholy, jeden u 3469 cm^{-1} a druhý u 3210 cm^{-1} .

Na dubletu kolem 1450 cm^{-1} a 1300 cm^{-1} odpovídajícímu přítomnosti dusičnanu si lze všimnout posunu u dusičnanu gadolinitého a dusičnanu erbitého (1488 cm^{-1} (+) a 1278 cm^{-1} (-)) oproti dusičnanu lanthanitému a dusičnanu ceričitému (1440 cm^{-1} (-) a 1305 cm^{-1} (+)). Dusičnan neodymitý má píky u 1450 cm^{-1} (bez posunu) a 1315 cm^{-1} (+), přičemž druhý pík je jako jediný ze vzorků stejně vysoký jako první pík dubletu.

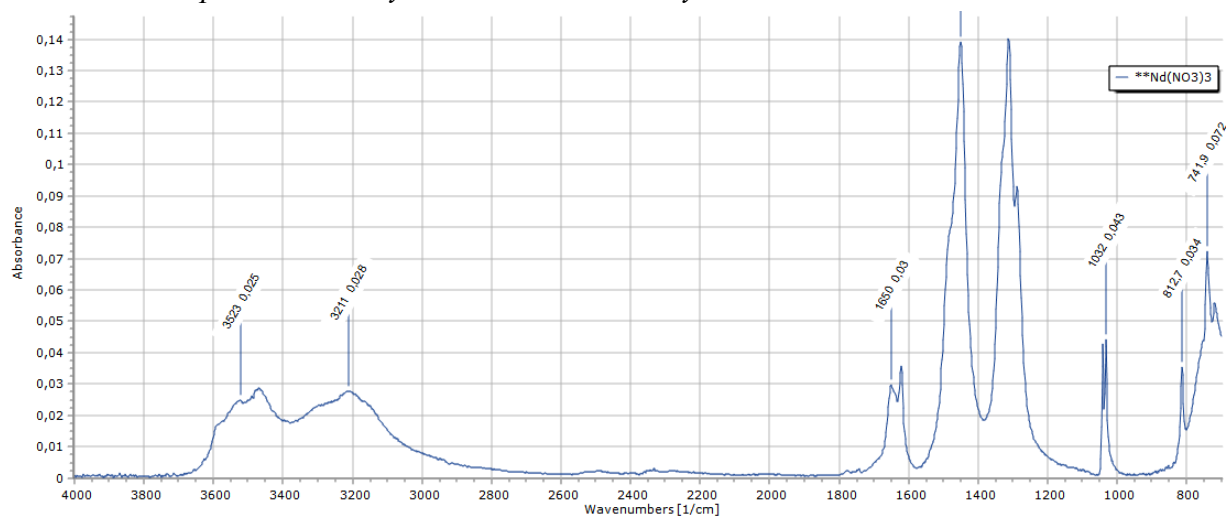
Ilustrace 18: IČ spektrum tetrahydrátů dusičnanu ceritého a lanthanitého



Ilustrace 19: IČ spektrum pentahydrátů dusičnanu erbitého a gadolinitého



Ilustrace 20: IČ spektrum hexahydrátu dusičnanu neodymitého



V následujících tabulkách jsou shrnuty parametry spekter nalezených v infračervených spektrech dusičnanů.

Tabulka 28: Parametry spekter dusičnanu ceritého

Ce(NO ₃) ₃					
Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 964,4	0,0019	22,1	3 038,2	0,0018	30,7
3 896,0	0,0017	39,9	2 348,3	0,0020	42,4
3 851,3	0,0021	7,1	1 636,9	0,0227	37,8
3 814,1	0,0017	–	1 439,4	0,0646	65,7
3 765,4	0,0014	23,2	1 302,0	0,1020	58,7
3 735,2	0,0028	27,2	1 111,2	0,0068	42,1
3 669,6	0,0022	–	1 042,7	0,0297	11,2
3 502,6	0,0167	–	869,7	0,0022	41,5
3 441,5	0,0170	–	815,7	0,0217	14,5
3 393,8	0,0177	–	741,3	0,0259	19,5
3 261,5	0,0088	–			

Tabulka 29: Parametry spekter dusičnanu erbitého

Er(NO ₃) ₃					
Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 977,3	0,0015	12,5	1 631,8	0,0298	43,9
3 880,7	0,0021	7,3	1 487,7	0,0994	53,7
3 822,7	0,0015	44,3	1 280,3	0,1271	58,6
3 762,6	0,0015	22,2	1 189,5	0,0137	28,6
3 723,0	0,0017	18,1	1 144,8	0,0133	11,2
3 691,5	0,0018	18,4	1 100,0	0,0108	–
3 544,0	0,0168	57,2	1 028,4	0,0648	8,6
3 474,1	0,0191	–	941,0	0,0023	30,1
3 371,3	0,0190	–	809,1	0,0295	35,1
2 300,7	0,0027	76,8	751,9	0,0589	9,6
1 742,6	0,0028	10,4			

Tabulka 30: Parametry spekter dusičnanu gadolinitého

Gd(NO ₃) ₃					
Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 992,5	0,0022	35,7	1 742,9	0,0027	52,2
3 913,7	0,0022	–	1 631,8	0,0326	42,0
3 837,8	0,0026	20,5	1 485,9	0,1087	54,1
3 745,9	0,0018	–	1 275,3	0,1287	59,2
3 719,9	0,0018	–	1 026,3	0,0651	8,2
3 475,7	0,0219	86,6	905,6	0,0018	14,7
3 329,9	0,0212	–	810,3	0,0292	–
3 203,5	0,0219	91,6	748,9	0,0595	25,2
2 941,1	0,0035	179,0			

Tabulka 31: Parametry spekter dusičnanu lanthanitého

La(NO ₃) ₃					
Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 880,2	0,0017	9,8	1 439,8	0,1103	63,8
3 719,6	0,0017	–	1 303,6	0,1516	60,0
3 689,5	0,0020	–	1 117,1	0,0091	–
3 503,6	0,0321	–	1 041,8	0,0409	9,9
3 252,8	0,0152	–	816,5	0,0325	13,4
1 743,2	0,0026	6,9	739,5	0,0502	18,8
1 637,7	0,0387	40,0			

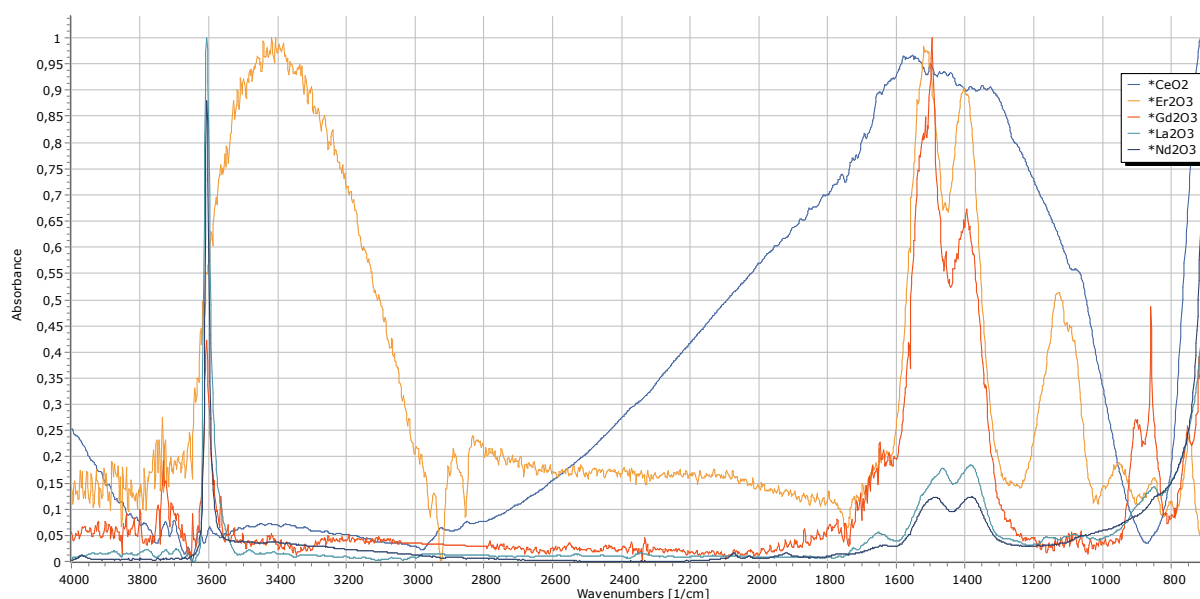
Tabulka 32: Parametry spekter dusičnanu neodymitého

Nd(NO ₃) ₃					
Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnočet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 713,9	0,0016	9,0	1 650,2	0,0297	–
3 522,9	0,0247	–	1 621,9	0,0356	0,0
3 468,8	0,0286	–	1 450,6	0,1388	57,8
3 210,6	0,0276	246,3	1 312,8	0,1401	63,4
2 332,8	0,0029	55,5	1 032,3	0,0434	9,0
1 776,0	0,0022	–	815,6	0,0299	11,6
1 743,7	0,0030	–	741,5	0,0714	66,8

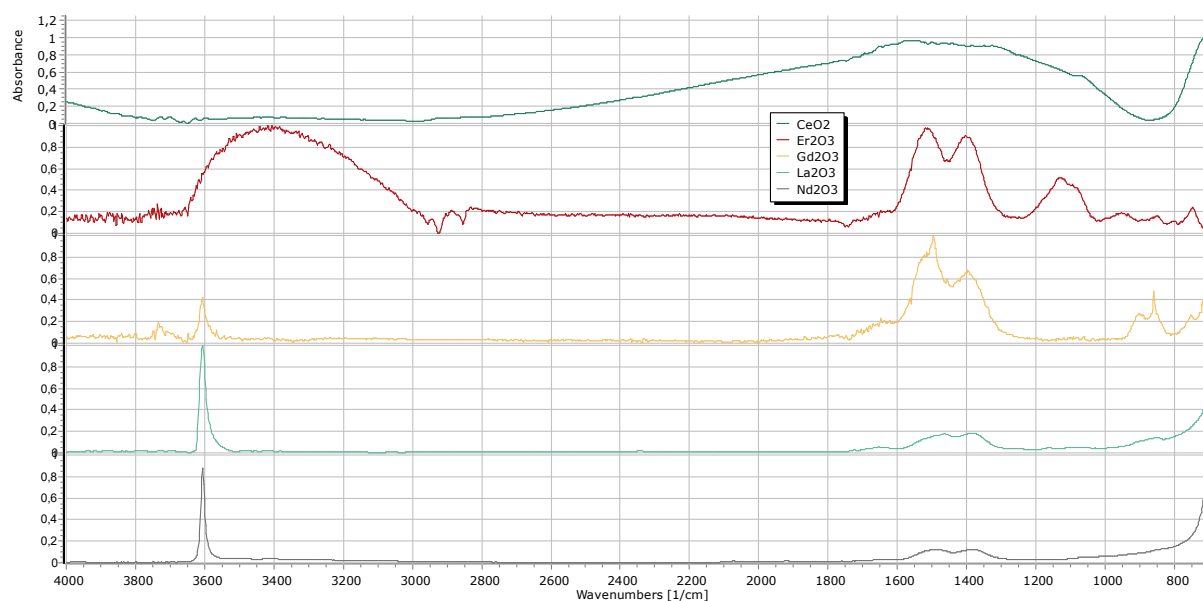
3.7 Infračervená spektra oxidů

Spektra byla změřena na infračerveném spektrometru s Fourierovou transformací Nicolet iN10 technikou ATR na germaniovém krystalu. Všechny získané soubory (nativní formát *.spa a univerzální *.jdx) jsou obsaženy v Příloze. Spektra byla vyhodnocena pomocí software *SpectraGryf* [MENGES, 2017], který je volně dostupný pro nekomerční použití. Zobrazená spektra jsou korigována na základní linii a pro účely porovnání normalizována na nejintenzivnější pík. Infračervená spektra oxidů znázorňuje následující obrázek.

Ilustrace 21: Infračervená spektra oxidů



Ilustrace 22: Infračervená spektra oxidů - rozložená



IČ spektra oxidu ceritého nemají žádné výrazné píky, lze tedy předpokládat, že vzorek je bezvodý. Spektra oxidu erbitého vykazují široký pás kolem 3417 cm^{-1} ($-\text{OH}$ skupina s mezimolekulárními vodíkovými můstky), oxid gadolinitý, lanthanitý a neodymitý mají úzké píky střední intenzity u 3600 cm^{-1} (izolovaná $-\text{OH}$ skupina bez vodíkových můstků) a nevýrazné zvlnění okolo 1630 cm^{-1} (deformační vibrace $\text{H}-\text{O}-\text{H}$), obsah vody je tedy zanedbatelný.

Oxid erbitý má navíc pík u 1130 cm^{-1} a dublet při 1520 cm^{-1} a 1400 cm^{-1} (vibrace CO_3^{2-} [GASPAR, 2013]), tento dublet je také přítomen u oxid gadolinitého a s nižší intenzitou i u oxidu lanthanitého a neodymitého. Oxid gadolinitý má ještě pík u 860 cm^{-1} . Podle [GASPAR, 2013] se na povrchu částic oxidů vytváří hydroxy-uhličitany reakcí s CO_2 a vody ze vzduchu.

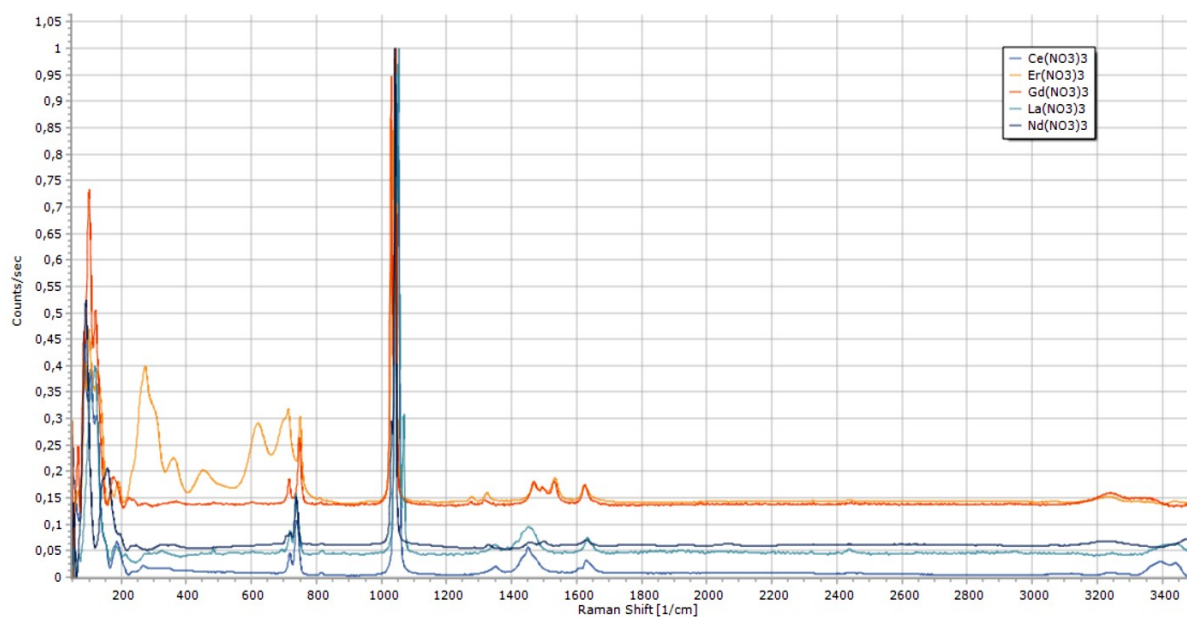
Tabulka 33: Parametry infračervených spekter oxidů

CeO ₂			Nd ₂ O ₃		
Vlnčet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnčet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3700,6	0,079314	19,044	3605,7	0,86748	13,599
3661,1	0,026873	18,13	1488,4	0,12289	--
1554,1	0,96538	--	1380,3	0,12319	-
Er ₂ O ₃			Gd ₂ O ₃		
Vlnčet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Vlnčet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3735,6	0,26788	9,3184	3733	0,18758	23,367
3417,2	0,99989	--	3606,7	0,41492	22,666
2888,6	0,21346	--	1496,3	0,99803	96,607
1518,3	0,97638	--	1395,7	0,67136	--
1403,8	0,90487	83,971	859,99	0,48495	24,268
1128,7	0,51298	136,73			
952,99	0,18815	76,267			
747,11	0,23464	42,553			
La ₂ O ₃					
Vlnčet [cm ⁻¹]	Absorbance [-]	Pološířka píku [cm ⁻¹]			
3606,1	0,99816	21,061			
1652,9	0,056305	104,48			
1464,5	0,17802	--			
850,82	0,14297	-			

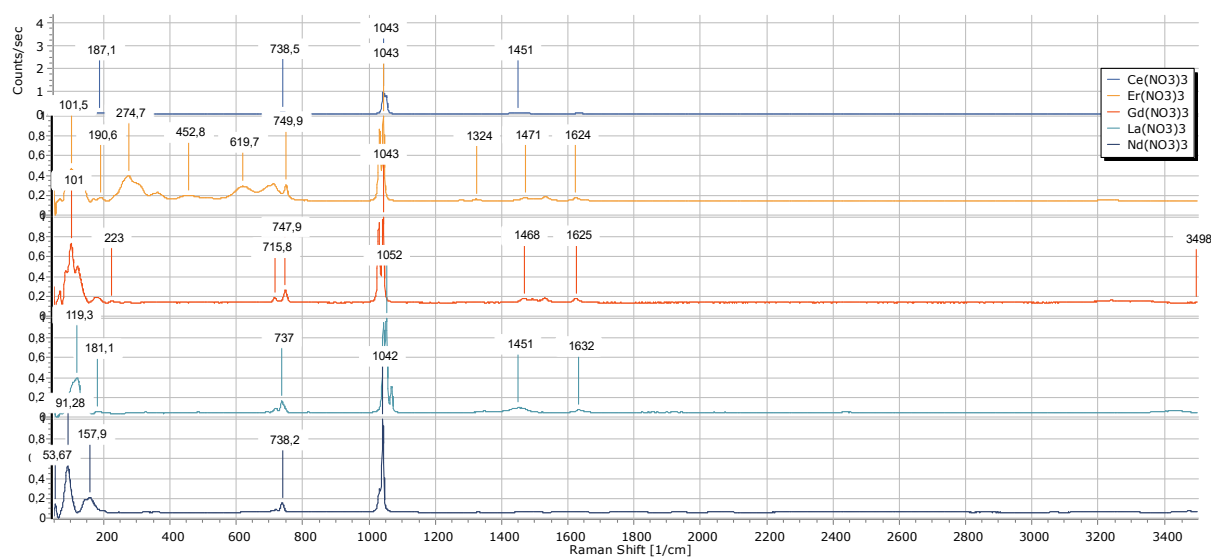
3.8 Ramanova spektra dusičnanů

V oblasti 100–250 cm^{-1} se objevují mřížkové vibrace, kolem 150–430 cm^{-1} nalezneme vibrace vazby kov–kyslík. Ramanova spektra dusičnanů si jsou velmi podobná, jen dusičnan erbitů má navíc několik píků v oblasti 200–700 cm^{-1} .

Ilustrace 23: Ramanova spektra dusičnanů



Ilustrace 24: Ramanova spektra dusičnanů (nad sebou)



Tabulka 34: Parametry Ramanových spekter dusičnanů

Ce(NO ₃) ₃			La(NO ₃) ₃		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
1629,3	0,032506	39,111	1632,2	0,075061	--
1451,1	0,057357	57,291	1450,9	0,095519	51,831
1043,4	0,99831	16,961	1068,6	0,30762	8,4506
738,53	0,10665	15,673	1052,5	0,9994	--
718,13	0,045955	14,955	737,04	0,15942	--
267,2	0,02338	--	718,83	0,088075	--
187,1	0,067691	28,232	694,13	0,053575	--
106,92	0,39278	--	483,73	0,054523	120,67
87,127	0,44786	--	271,49	0,045366	--
			213,33	0,044964	--
			181,13	0,059664	--
			119,27	0,3984	39,241
Er(NO ₃) ₃			Gd(NO ₃) ₃		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
1623,6	0,17497	--	3497,9	0,13952	447,09
1533,5	0,18787	--	1625	0,17443	--
1471,2	0,17781	--	1531,5	0,18155	--
1324,1	0,15996	--	1492,8	0,17076	--
1277,5	0,15276	--	1468,4	0,18095	--
1043,5	0,99675	8,8582	1314	0,146	--
749,94	0,30374	--	1042,6	0,99596	8,8045
713,56	0,31893	--	1029,9	0,94166	9,0638
619,66	0,29121	--	747,89	0,26421	--
360,36	0,2258	--	715,8	0,18635	--
274,67	0,39861	--	223	0,15023	--
190,57	0,18093	--	176,36	0,1901	--
169,21	0,1666	--	121,23	0,5053	--
128,04	0,3893	--	101,03	0,73383	--
101,46	0,46985	--	67,4	0,24757	16,498
67,935	0,16379	33,279			
Nd(NO ₃) ₃					
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]			
1041,6	0,991	7,3488			
738,21	0,15208	--			
719,13	0,084582	--			
157,87	0,20747	45,749			
91,275	0,52423	20,94			
53,666	0,14074	7,0221			

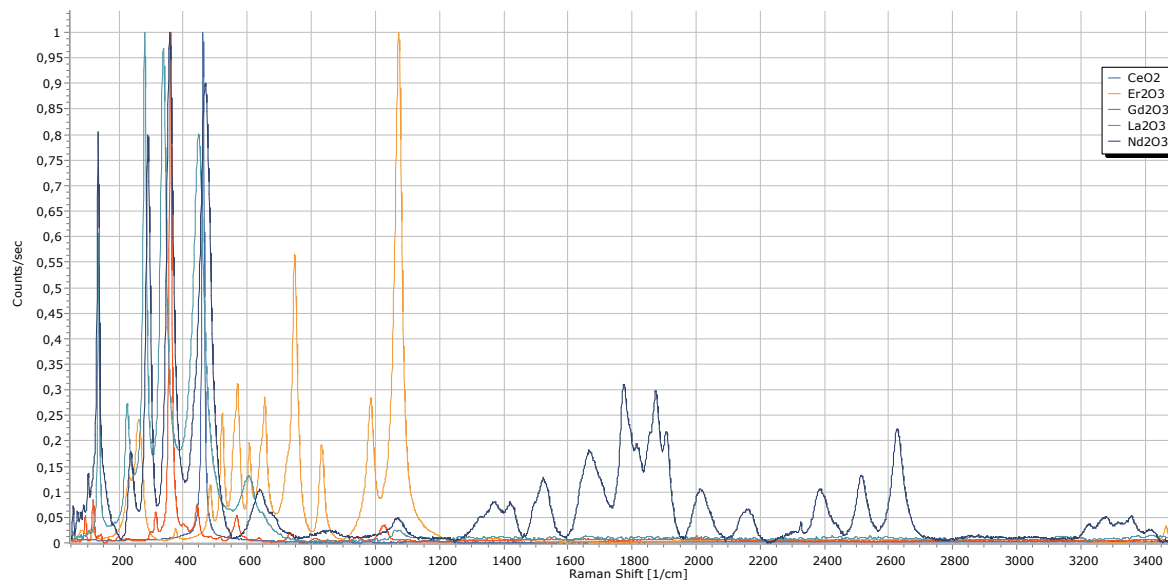
3.9 Ramanova spektra oxidů

V Ramanově spektru La_2O_3 je pík $136,2 \text{ cm}^{-1}$ odpovídající mřížkové vibraci vazby La–O [Bünzli, 1978].

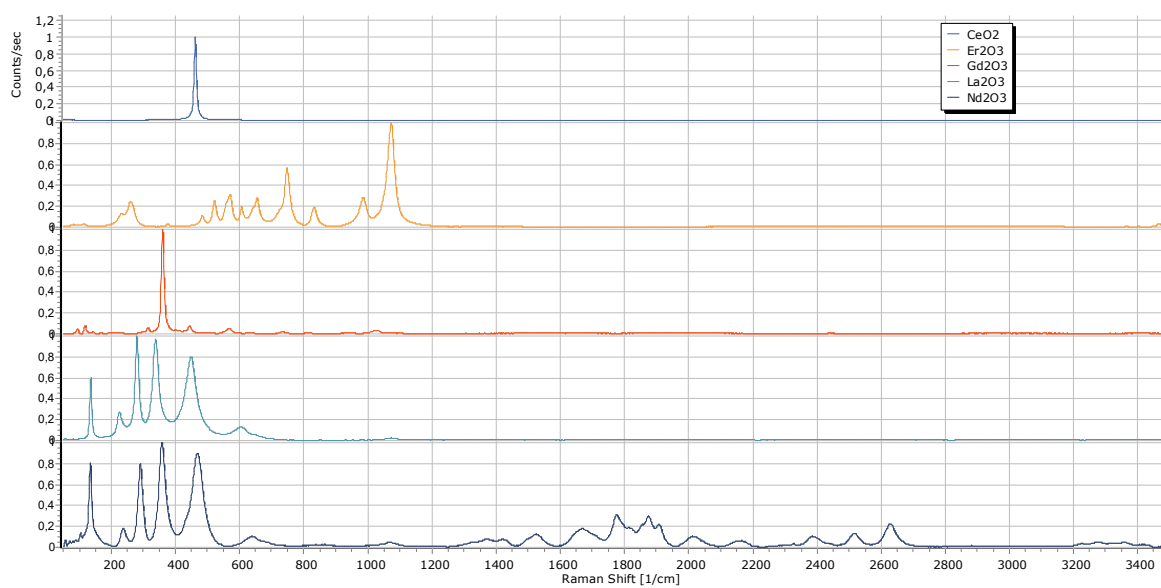
Tabulka 35: Parametry Ramanových spekter oxidů

CeO₂					
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]			
462,82	0,99415	9,0049			
Er₂O₃			Nd₂O₃		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 465,3	0,034	16,0	2 628,4	0,224	42,7
1 073,1	0,999	27,4	1 907,2	0,217	–
985,3	0,283	29,3	1 873,7	0,298	–
832,2	0,193	19,5	1 814,3	0,195	–
748,2	0,565	21,4	1 776,1	0,311	21,0
655,1	0,284	28,3	1 666,3	0,182	86,4
606,9	0,196	17,0	469,3	0,901	41,9
570,3	0,313	26,9	359,1	0,999	26,0
522,3	0,255	15,6	291,1	0,797	18,2
484,3	0,114	17,6	237,8	0,178	23,0
376,4	0,029	11,5	135,6	0,805	10,8
261,5	0,242	–			
231,8	0,129	–			
116,7	0,028	28,0			
83,2	0,025	–			
La₂O₃			Gd₂O₃		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
1 494,8	0,010	23,9	1 027,3	0,034	31,1
1 462,7	0,014	25,0	734,1	0,021	21,2
1 059,9	0,025	57,6	567,5	0,055	21,1
604,9	0,132	72,6	515,3	0,011	35,7
449,0	0,802	43,7	444,3	0,076	16,4
338,5	0,969	24,9	361,0	0,999	10,5
280,6	0,997	15,0	315,5	0,060	11,9
226,1	0,273	27,9	198,1	0,013	13,6
136,2	0,597	7,8	144,4	0,017	17,1
105,2	0,023	–	119,6	0,085	7,9
81,5	0,016	19,1	96,0	0,054	7,4
58,0	0,023	7,1			

Ilustrace 25: Ramanova spektra oxidů

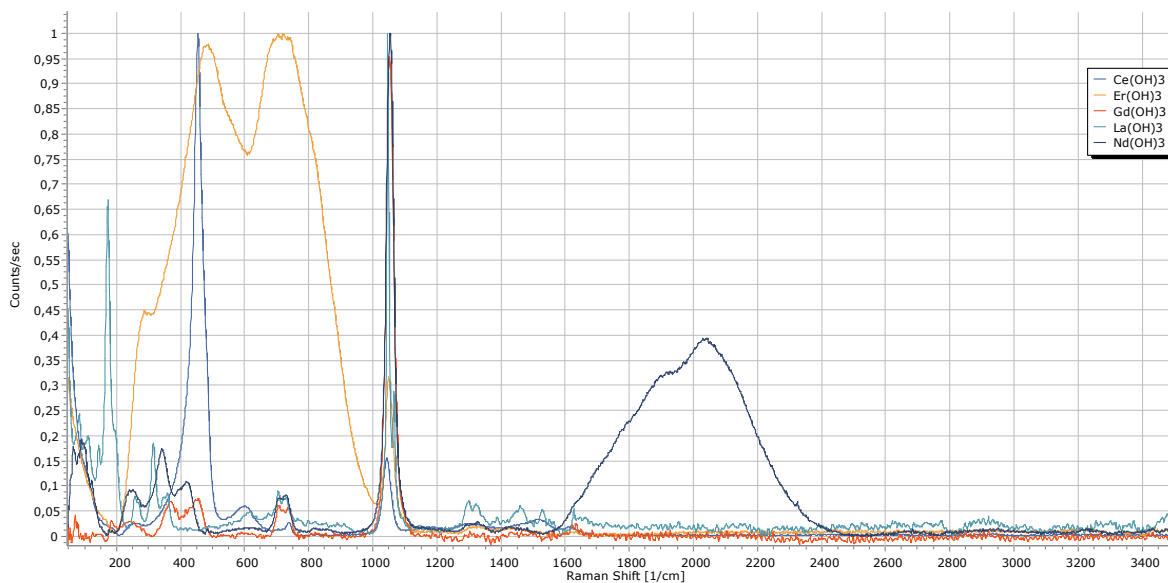


Ilustrace 26: Ramanova spektra oxidů (rozložena)

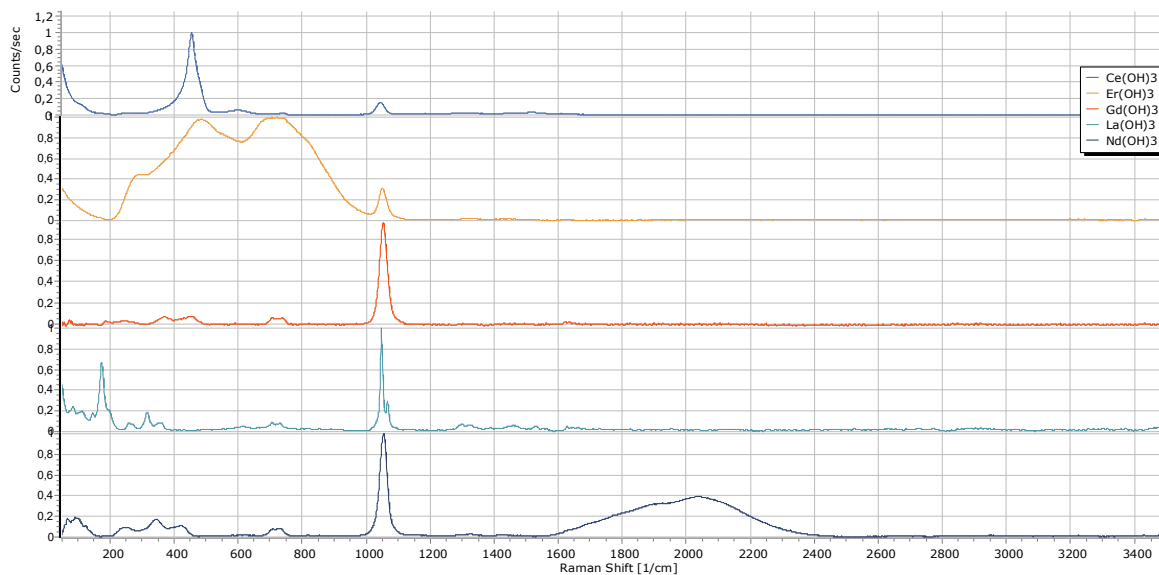


3.10 Ramanova spektra hydroxidů

Ilustrace 27: Ramanova spektra hydroxidů



Ilustrace 28: Ramanova spektra hydroxidů (rozložená)



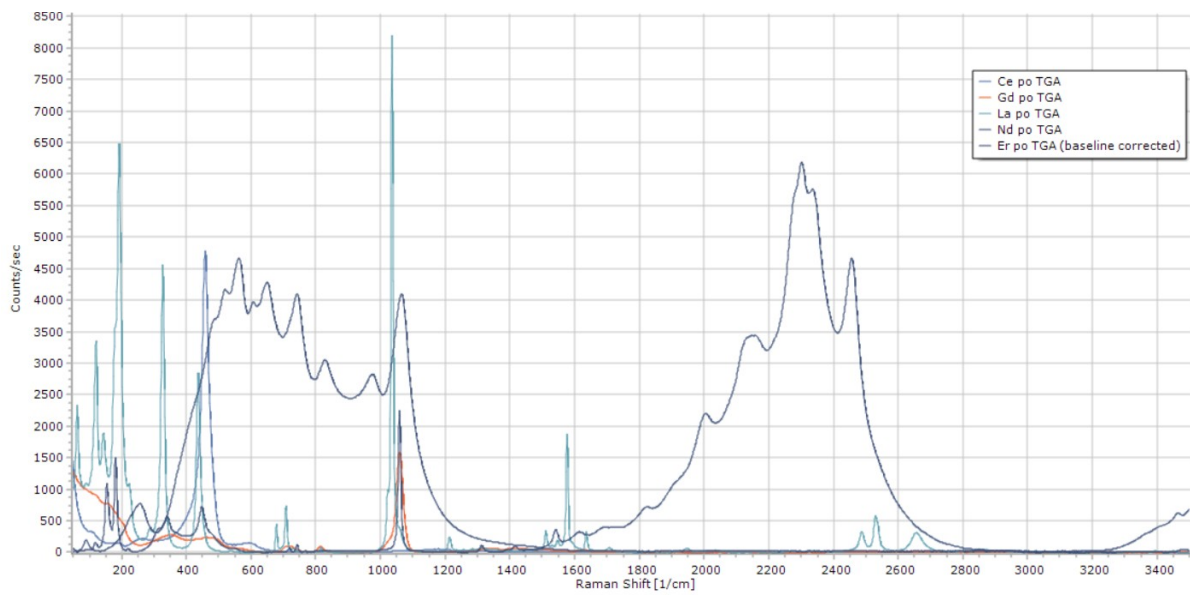
Tabulka 36: Parametry Ramanových spekter hydroxidů

Ce(OH)₃					
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]			
1 044,6	0,156	31,4			
737,5	0,028	25,3			
455,0	1,000	37,6			
Er(OH)₃			La(OH)₃		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3 445,9	0,015	36,1	1 067,1	0,287	–
3 384,9	0,013	14,7	1 047,6	0,999	9,6
2 423,2	0,012	12,6	705,7	0,089	22,7
1 302,0	0,020	24,6	360,4	0,085	–
1 049,9	0,317	31,6	315,5	0,185	19,7
721,1	1,000	–	258,8	0,080	29,4
705,4	0,999	–	173,5	0,668	18,1
488,0	0,978	–	145,7	0,180	–
288,2	0,448	–	111,8	0,199	–
50,4	0,314	41,0	85,1	0,244	–
Gd(OH)₃			Nd(OH)₃		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
1 053,6	0,953	29,213	2038,2	0,394	–
737,2	0,059	–	1481,7	0,016	39,1
707,2	0,062	–	1327,4	0,030	29,5
455,7	0,075	–	1054,9	1,000	28,5
416,8	0,052	–	709,17	0,077	–
369,2	0,070	–	418,57	0,109	41,5
			241,3	0,093	–
			90,928	0,193	–
			65,945	0,176	19,5

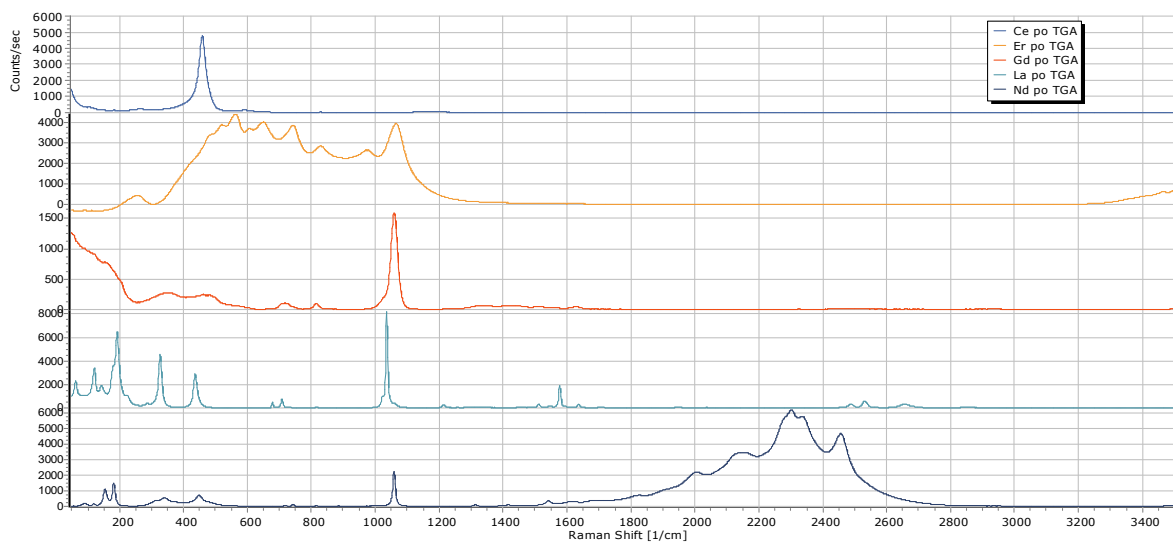
3.11 Ramanova spektra smíšených oxid dusičnanů

U vzorků po TGA, které byly zahřívány z 25 °C na 500 °C rychlostí 10 °C/min. (celkem 49,5 min.) lze očekávat tvorbu smíšených oxid-dusičnanů. [Bünzli, 1978] Spektra oxid-dusičnanu lanthanitého (píky: 1214; 1036; 817; 708; 679 cm^{-1}) i spektra oxid-dusičnanu gadolinitého (píky: 1060 a 816 cm^{-1}) se shodují se spektry uvedenými v [Bünzli, 1978]. Menší shoda u dusičnanu gadolinitého souvisí s tím, že podle průběhu TGA křivky došlo k úplnému dokončení reakce jen u dusičnanu ceritého a lanthanitého. Další spektra nebylo možné porovnat, protože nejsou v literatuře uvedena.

Ilustrace 29: Ramanova spektra smíšených oxid dusičnanů



Ilustrace 30: Ramanova spektra smíšených oxid dusičnanů - rozložená



Tabulka 37: Parametry Ramanových spekter smíšených oxid dusičnanů

Ce(NO₃)₃ po TGA					
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]			
459,0	0,999	27,9			
106,3	0,071	92,4			
Er(NO₃)₃ po TGA			Gd(NO₃)₃ po TGA		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
3461,3	0,026	26,1	2 326,4	10,952	5,1
1065,3	0,865	--	1 632,8	41,212	43,2
977,31	0,589	--	1 059,5	1588	25,2
828,35	0,643	--	815,9	98,387	19,4
742,57	0,872	--	482,3	186,89	--
650,4	0,917	--	460,8	191,67	--
605,66	0,850	--	167,8	174,53	--
562,02	1,000	--	122,6	83,801	13,5
519,6	0,895	--	57,1	25,792	4,6
259,19	0,166	79,9			
La(NO₃)₃ po TGA			Nd(NO₃)₃ po TGA		
Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]	Ramanův posun [cm ⁻¹]	Ramanova intenzita [cps]	Pološířka píku [cm ⁻¹]
2 656,0	0,039	41,9	2 455,7	0,755	--
2 530,3	0,072	18,2	2 335,8	0,933	--
2 487,4	0,041	20,3	2 302,5	1,000	--
1 636,1	0,041	8,7	2 159,9	0,557	--
1 577,3	0,229	8,1	2 004,8	0,357	--
1 547,4	0,024	--	1 542,0	0,060	28,2
1 511,3	0,044	9,6	1 416,2	0,017	23,9
1 213,9	0,032	11,2	1 313,3	0,018	14,4
1 036,2	1,000	8,1	1 059,4	0,363	9,8
816,6	0,010	8,1	742,9	0,022	8,1
708,3	0,090	9,1	719,5	0,013	8,5
679,1	0,056	7,3	448,5	0,117	36,5
436,9	0,348	14,2	342,0	0,092	74,5
327,8	0,556	12,7	221,2	0,011	12,7
288,1	0,048	--	182,0	0,244	10,7
192,9	0,790	24,3	154,9	0,178	15,5
144,0	0,231	--	118,9	0,026	16,7
121,4	0,410	17,1	89,7	0,033	21,1
90,4	0,135	--			
63,0	0,285	18,8			

4 Publikování dat

4.1 Porovnání typů datových souborů

Vzhledem k tomu, že tato práce cílí především na možnosti publikace dat, kterých nám poskytují analytické přístroje mnoho, ale málokdy jsou tato data využita, je nutné zhodnotit a porovnat jednotlivé formátové výstupy, které výrobci umožňují. Další důležitou součástí tohoto problému je schopnost tato data zobrazit, případně analyzovat.

4.1.1 Srovnání formátů souborů TGA Q500

Porovnání typů souborů s výsledky je uvedeno v následující tabulce. Pokud nám stačí jen vyhodnocené výsledky je optimální použití formátu PNG, JPG nebo PDF. Export ve formátu TXT umožní zpracování např. v textovém editoru a obsahuje i metadata z přístroje. Nativní formát *.001 lze dále zpracovat ve zdarma dostupném software: TA INSTRUMENTS. TRIOS 4.1.1 [software], 12.9.2016. 835 MB. Dostupné z: https://s3.amazonaws.com/Trios/TRIOS_Full_v4.1.1.33073.exe

Tabulka 38: Ukázka exportovaných souborů z TGA

TGA	Ce(NO3)3-hydrate-tga.001	Ce(NO3)3-hydrate-tga.txt	Ce(NO3)3-hydrate-tga.png
Ukázka souboru	<p>CLOSED VERSION 2.0 Language English Mode TGA 1000 °C Run 2 RunSerial 548 Instrument TGA Q500 V20.13 Build 39 Module TGA InstSerial 0500-2113 Operator File \\I5\ta\Data TGA-FTIR\Slavik\2017-03-23 Dusičnany vz zemin\data\Ce(NO3).001 FurnaceType EGA Sample Ce(NO3).. Size 26.227 mg ProcName Ramp \\I5\ta\Data TGA-FTIR\Slavik\2017-03-23 Dusičnany vz zemin\Metoda 2017-03-23_001.prc Method Ramp Comment SA60 R10>520 Xcomment Pan: Platinum Xcomment Gas1: Nitrogen Xcomment Gas2: Air Xcomment Balance Gas: Nitrogen 60.0 ml/min Xcomment Sample Gas: Air 60.0 ml/min Text Kcell 1.0000 TempCal 4 pts 24.73 24.40,149.73 154.16,359.30 356.00,749.00 746.40 InstCalDate Weight Date 2017-01-04 08:29:24 Controls Gas 2 Event Off Sampling 0.5 Nsig 5 Sig1 Time (min) Sig2 Temperature (°C) Sig3 Weight (mg) Sig4 Balance Purge Flow (mL/min) Sig5 Sample Purge Flow (mL/min) AirCoolTime 20.0 min AutoAnalysis Off MacroFile Date 2017-03-23 Time 09:09:42 OrgMethod 1: Ramp 10.00 °C/min to 520.00 °C %□□□□□□□□□□□□□□ ...</p>	<p>CLOSED Version 2.0 Language English Mode TGA 1000 °C Run 2 RunSerial 548 Instrument TGA Q500 V20.13 Build 39 Module TGA InstSerial 0500-2113 Operator File \\I5\ta\Data TGA-FTIR\Slavik\2017-03-23 Dusičnany vz zemin\data\Ce(NO3).001 FurnaceType EGA Sample Ce(NO3).. Size 26.2270 mg ProcName Ramp \\I5\ta\Data TGA-FTIR\Slavik\2017-03-23 Dusičnany vz zemin\Metoda 2017-03-23_001.prc Method Ramp Comment SA60 R10>520 Xcomment Pan: Platinum Xcomment Gas1: Nitrogen Xcomment Gas2: Air Xcomment Balance Gas: Nitrogen 60.0 ml/min Xcomment Sample Gas: Air 60.0 ml/min Text Kcell 1.00000 TempCal 4 pts 24.73 24.40,149.73 154.16,359.30 356.00,749.00 746.40 InstCalDate Weight Date 2017-01-04 08:29:24 Controls Gas 2 Event Off Sampling 0.5 Nsig 5 Sig1 Time (min) Sig2 Temperature (°C) Sig3 Weight (mg) Sig4 Balance Purge Flow (mL/min) Sig5 Sample Purge Flow (mL/min) AirCoolTime 20.0 min AutoAnalysis Off MacroFile Date 2017-03-23 Time 09:09:42 OrgMethod 1: Ramp 10.00 °C/min to 520.00 °C OrgFile C:\TA\Data TGA-FTIR\Slavik\2017-03-23 Dusičnany vz zemin\data\Ce(NO3).001 StartOfData .001533333 34.68236 26.22624 60.02184 59.98050 .004166667 34.75830 26.22562 59.98828 60.02587 0.01250000 34.83415</p>	
Velikost [kB]	231	526	126
Výhody	Nativní formát, záznam všech informací	Snadno čitelný	Grafické vyhodnocení
Nevýhody	Binární data (nečitelná)	Velké množství dat	Data nelze kopírovat
SpectraGryph import	1.0.7ne	ne	ne
Doporučení	Poznámka A	možné zpracování v excelové tabulce	bez dalšího zpracování

Poznámka A: pro zpracování dat lze použít zdarma software: TA INSTRUMENTS. TRIOS 4.1.1 [software], 12.9.2016. 835 MB. Dostupné z: https://s3.amazonaws.com/Trios/TRIOS_Full_v4.1.1.33073.exe [vid. 2017-05-16].

4.1.2 Srovnání formátů souborů Mettler Toledo DSC 1

Výsledky jsou obdobné jako pro TGA. Optimální je použití formátu PNG, JPG nebo PDF pro vyhodnocené výsledky. Nativní formát *.001 lze dále zpracovat ve zdarma dostupném software: METTLER TOLEDO. STARe Excellence 15.01 [software]. 655 MB. Dostupné z: http://www.mt.com/cz/cs/home/products/Laboratory_Analytics_Browse/TA_Family_Browse/TA_software_browse.html [vid. 2017-05-16].

4.1.3 Srovnání formátů souborů UV-VIS spektrometr Cintra 202

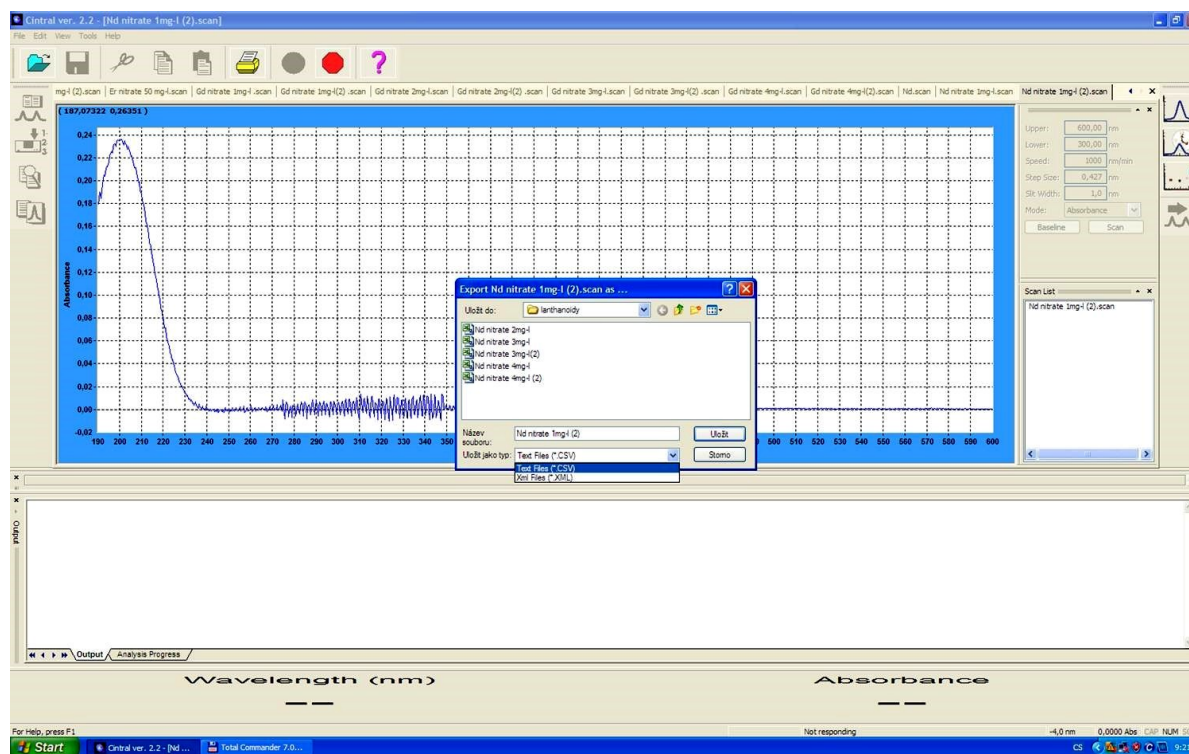
Možnosti exportu uvádí Tabulka 40, Tabulka 39 zobrazuje náhled obrazovky při exportu z obslužného software spektrometru. Nejvhodnější je formát CSV a pokud potřebujeme metadata, lze je získat z exportovaného souboru XML. Soubory XML ani SCAN nelze načíst běžně dostupnými programy.

Tabulka 39: Ukázka exportovaných souborů z UV/VIS

UV/VIS	Ce nitrate 1mg-1 2.SCAN	Ce nitrate 1mg-1 2.CSV	Ce nitrate 1mg-1 2.XML
Ukázka souboru	FORM SCANFORM "SCFVNUMB PROG U V F U L L UNIT BMMD D2WL C@€ D2AO EHTG D{ČSLTW ?Ř DESC FORM BHSETHIST :2 0 1 7 - 0 4 - 1 1 1 0 : 1 7 : 3 4 C r e a t e d . FORM "SYFVNUMB PROG U V F U L L SYUP @,Ř SYIC žŮN'čONSMP ÁSAMP šČŽř>! 'šçšŮÍEšBn€šĚ;Íšd'JO»"š, ě»FšNĐ}šN' » äNšÇ ...	Ce nitrate 1mg-1 2.scan Wavelength;Reading 600; -0,0015225103124976158 599,573333333; -0,0019856689032167196	<SCAN_ITEM><FILENAME>"Ce nitrate 1mg-1 2"</FILENAME> <SCAN><SCAN_VERSION><VERSIO N_NUMBER>1</VERSION_NUMBER> <PROGRAM_NAME>UVFULL</PROG RAM_NAME> </SCAN_VERSION><UNITS> absorbance </UNITS> <BEAM_MODE>double</BEAM_MOD E> <D2_WAVELENGTH>349</D2_WAVELE NGTH> <D2_ALWAYS_ON>false</D2_ALWAYS_O N> <EHT_GAIN>585,934082</EHT_GAIN > <SLIT_WIDTH>1,5</SLIT_WIDTH> <DESCRIPTION></DESCRIPTION> <HISTORY_SET><HISTORY>2017-04- 11 10:17:34 Created.</HISTORY> </HISTORY_SET><SCAN_TYPE>wavel length</SCAN_TYPE> <UPPER_WAVELENGTH>600</UPPER _WAVELENGTH> <LOWER_WAVELENGTH>189,973327 6</LOWER_WAVELENGTH> <SCAN_SPEED>1000</SCAN_SPEED> <SAMPLES>961</SAMPLES> <SAMPLE_FORMAT> </SAMPLE_FORMAT> xml <SAMPLE_BLOCK> <SAMP>-1,522510e-003</SAMP> <SAMP>-1,985669e-003</SAMP>

			...
Velikost [kB]	5	34	28
Výhody	Malá velikost	Snadno čitelný, snadný import	Snadno čitelný, obsahuje metadata
Nevýhody	Formát souboru není běžný	Neobsahuje metadata	Nesnadný import
SpectraGryph 1.0.7 import	ne	ano	ne
Nejvhodnější formát	CSV (popř. + metadata z XML souboru)		

Ilustrace 31: Export souborů z UV/VIS spektrometru Cintra



4.1.4 Srovnání formátů souborů FTIR spektrometr Nicolet iN10

Možnosti opět shrnuje tabulka, optimální je použití formátu JDX, který je vhodný pro univerzální publikování na Internetu. Při exportu je nutné použít jako oddělovač desetinné části čísel tečku., což obslužný software nastaví automaticky. Nativní formát SPA lze importovat do volně dostupného software SpectraGryph a je tedy také použitelný.

Tabulka 40: Ukázka exportovaných souborů z IČ

FTIR	Er(NO3)3-hydrate-normalized--ir.sp	Er(NO3)3-hydrate-normalized---ir.jdx	Er(NO3)3-hydrate-normalized---ir.csv
Ukázka souboru	Spectral Data File **Er(NO3)3 ## # # # Ďú%ŮI # 0# Š # # # HC í+F €@L#"?-Ď Background collected on Fri Mar 31 12:08:27 2017 (GMT+02:00) Final format: Absorbance Resolution: 4.000 from 700.0334 to 3999.6399 Validation wheel: 0 Attenuation screen wheel: Open Bench Serial Number: ALK1000323 Atmospheric suppression applied on Fri Mar 31 12:15:29 2017 (GMT+02:00) Linear Baseline Correct on Fri Mar 31 12:17:11 2017 (GMT+02:00) Data format: Absorbance Correction points: 5 -0.0032 at 700.0334 -0.0103 at 1832.3574 -0.0077 at 2802.4058 -0.0075 at 3675.0884 -0.0075 at 3999.6399 x̄u:d ...	##TITLE=**Er(NO3)3 ##JCAMP-DX=5.01 \$\$ Nicolet v. 521 ##DATATYPE=INFRARED SPECTRUM ##ORIGIN=TUL, katedra chemie ##OWNER=Nicolet ##LONGDATE=2017/03/31 ##TIME=12:09:19 ##SPECTROMETER/DATA SYSTEM=Nicolet iN10 ##DATA PROCESSING= Ratio against background %Transmittance->Absorbance Subtraction or Addition Baseline Correction Truncated ElementMultiply or ElementDivide ##COMMENTS= Number of sample scans: 10 Collection length: 11.92 sec Sample gain: 4.0 Background collected on: Fri Mar 31 12:08:27 2017 (GMT+02:00); Number of background scans: 10 Background gain: 4.0 Sample spacing: 1.000 Number of scan points: 16672 Resolution points: 8192 Number of FFT points: 16384 Apodization: Happ-Genzel; Phase correction: Mertz; Laser frequency: 15798.0 cm-1 Number of rejected sample scans: 0 Number of rejected background scans: 0 Bench serial number: ALK1000323; ##RESOLUTION=4.000 ##XUNITS=1/CM ##YUNITS=ABSORBANCE ##FIRSTX=700.033447 ##LASTX=3999.639893 ##FIRSTY=0.049642 ##MAXX=3999.639893 ##MINX=700.033447 ##MAXY=0.127154 ##MINY=0.000038 ##XFACTOR=1.000000 ##YFACTOR=1.000000E-009 ##NPOINTS=1712 ##DELTAX=1.928467 ##ZPD=8192 ##XYDATA=(X++(Y.Y)) 700.033 49641564 48777684 48758408 47233260 44984992 44256880 43002580 713.533 42489032 44178412 43704236 41081012 37966292 35769648 33894840	7.000334e+002,4.964156e-002 7.019619e+002,4.877768e-002 7.038904e+002,4.875841e-002 7.058188e+002,4.723326e-002 ...
Velikost [kB]	10	18	49
Výhody	Nativní formát	Malá velikost, obsahuje metadata, de facto standard pro spektra	Snadno čitelný
Nevýhody	Nečitelný	Nutný export	Neobsahuje metadata
SpectraGryph import	1.0.7 ano	ano	ano
Doporučení		JDX (vhodný pro výměnu souborů)	

4.1.5 Srovnání formátů souborů Ramanův spektrometr Nicolet DXR

Nejvhodnější pro publikování je formát JDX, ale protože ho obslužný software Ramanova spektrometru nedokáže správně uložit, je potřeba dodatečná úprava souborů. Při exportu je nutné použít jako oddělovač desetinné části čísel tečku. Software nainstalovaný u Ramanova spektrometru používá jako desetinný oddělovač čárku a toto nastavení se nepodařilo změnit, je proto nutné použít k exportu instalaci software u IČ spektrometru nebo v části souboru provést nahrazení čárek za tečky. Další dodatečná změna souboru spočívá v nahrazení textu:

```
##XUNITS=RAMAN SHIFT(1/CM)
```

```
##YUNITS=RAMAN INTENSITY
```

za:

```
##XUNITS= 1/CM
```

```
##YUNITS= COUNTS/SEC
```

```
##XLABEL= Raman Shift [1/cm]
```

```
##YLABEL= COUNTS/SECOND
```

To zajistí korektní zobrazení popisků i správnou orientaci os.

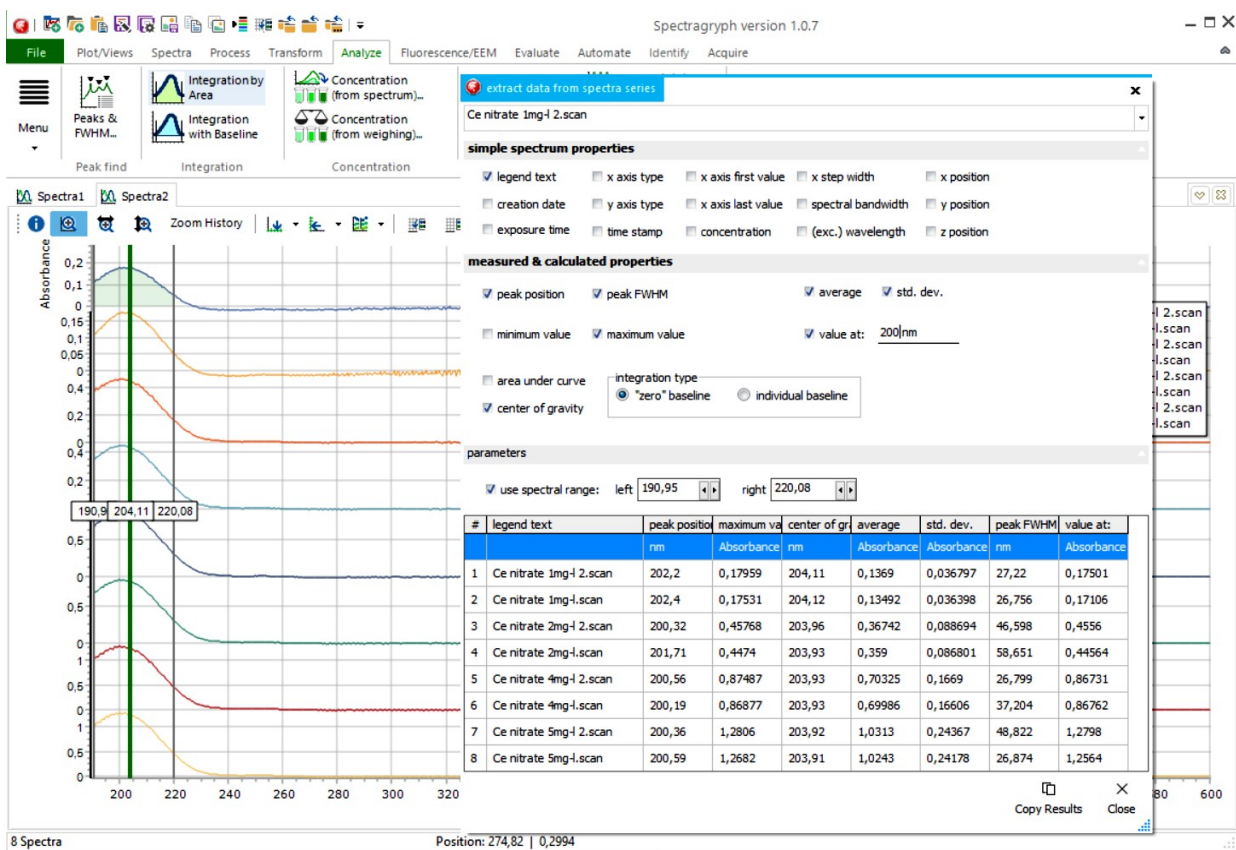
Nativní formát SPA lze importovat do volně dostupného software *SpectraGryph* a je tedy také použitelný. Je zajímavé, že výrobci opravdu drahých přístrojů nejsou schopni dodat správně fungující software.

4.2 Analytický freeware SpectraGryph

Spektra byla vyhodnocena pomocí software *SpectraGryf* [MENGES, 2017], který je volně dostupný pro nekomerční použití. Snadno lze získat informace o poloze píků, jejich absorbanci, pološířce; odečítat absorbanci při zvoleném vlnočtu, odečítat základní linii, označit píky, provádět normalizaci, importovat i exportovat spektra... Na základě našich zkušeností lze program doporučit.

4.3 Možnosti publikace kompletních dat

Ilustrace 32: Analýza dat v software SpectraGryph



Pokud pomineme databázi firmy Sigma-Aldrich neumožňující přidání spekter a otevřený projekt RRUFF (<http://rruff.info/>), který kombinuje mineralogickou databázi a Ramanova i infračervená spektra minerálů a není proto vhodný pro čisté sloučeniny, zbývají projekty: Wikipedia, Open Spectral Database a Chemspider.com o kterých pojednávají následující podkapitoly,

4.3.1 Wikipedia

Wikipedia je mnohojazyčná webová encyklopedie se svobodným (otevřeným) obsahem, na jejíž tvorbě spolupracují dobrovolní přispěvatelé z celého světa. [<https://cs.wikipedia.org/wiki/Wikipedie>]. Často uváděným nedostatkem Wikipedie je to, že žádná vydavatelská autorita neručí za správnost obsahu. Na druhou stranu představuje Wikipedia souhrn vzájemně dobře propojených odkazů. Pomocí projektu WikiData můžeme snadno vyhledávat data i souvislosti mezi nimi pomocí příkazů jazyka SPARQL, které zadáme na: <https://query.wikidata.org/> do vstupního pole dotazu, např. všechny farmaceutické drogy ve Wikipedii:

```
#List of pharmaceutical drugs with picture
SELECT ?moleculeLabel ?formule ?picture ?molecule
WHERE
{
  ?molecule wdt:P31 wd:Q12140
  ; wdt:P274 ?formule
  ; wdt:P117 ?picture
  SERVICE wikibase:label {bd:serviceParam wikibase:language "en, de" . }
}

ORDER BY ?moleculeLabel
```

Výsledkem dotazu je tabulka se 700 datovými řádky:

moleculeLabel	formule	picture	molecule
Q18212299	C ₁₅ H ₂₅ NO ₆	commons:Kresacyn.png	wd:Q18212299
(-)-menthol	C ₁₀ H ₂₀ O	commons:(-)-Menthol.svg	wd:Q407418
(E)-crotamiton	C ₁₃ H ₁₇ NO	commons:Crotamiton Structure V.svg	wd:Q2439845

...

Následující dotaz zobrazí počty chemických sloučenin ve Wikipedii podle barvy v bublinovém grafu:

```
#Colors of chemical compounds
#defaultView:BubbleChart
SELECT ?rgb ?colorLabel (COUNT(?compound) AS ?count)
```



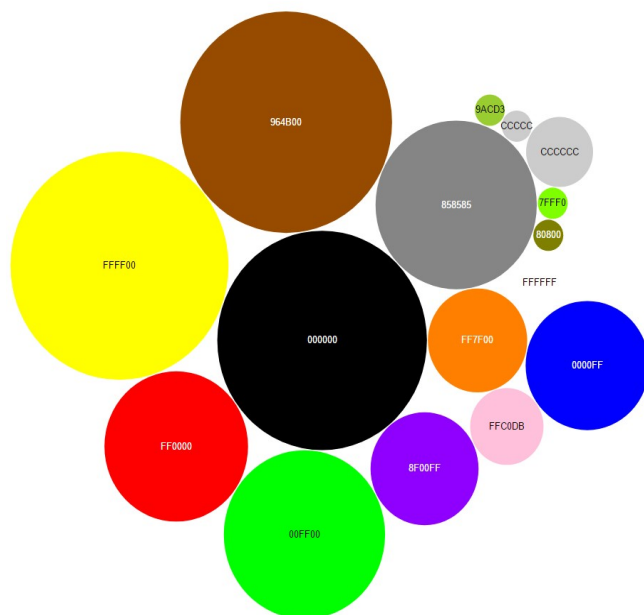
```

WHERE
{
  ?compound wdt:P31 wd:Q11173;
            wdt:P462 ?color.
  OPTIONAL { ?color wdt:P465 ?rgb. }
  BIND(IF(BOUND(?rgb),?rgb,"CCCCCC") AS ?rgb).
  SERVICE wikibase:label { bd:serviceParam wikibase:language "en". }
}
GROUP BY ?rgb ?colorLabel

```

Výsledkem dotazu je graf:

Ilustrace 33: Graf Wikipedie - barevnost prvků



4.3.2 Open Spectral Database

Jedná se o volně přístupnou databázi spekter (UV/Vis, IČ, MS, ^1H NMR/ ^{13}C NMR) ve formátu JCAMP-DX (JDX) popsanou v [CHALK, 2016] a přístupnou na: <http://osdb.info/>. Data mohou být exportována jako soubory JDX, XML, JSON nebo SciData JSON-LD (<http://stuchalk.github.io/scidata/>). V současnosti obsahuje databáze pouze organické sloučeniny a je v betaverzi. Bohužel data se nepodařilo do databáze nahrát kvůli chybě při importu, autora jsem kontaktoval, ale do data odevzdání této práce nebyla chyba opravena.

4.3.3 Chemspider.com

Obrovská databáze informací o chemických sloučeninách obsahuje 58 miliónů chemických struktur ze 48 zdrojů, dostupná je na: <http://www.chemspider.com/>. Databázi provozuje britská *Royal Society of Chemistry* a po přihlášení umožňuje nahrát chybějící data, včetně spekter. Obsah tvoří jména chemikálií, vzorce, identifikátory, vlastnosti, spektra, výrobci, články ve kterých je chemikálie použita, odkazy na zdroje dat. Nahrání dat je bezproblémové, jen určitý čas trvá schválení dat pro veřejné použití. Následující obrázek ukazuje stránku s daty pro dusičnan lanthanitý, před a po nahrání spekter.

Ilustrace 34: Náhled na ChemSpider.com Lanthanum nitrate před vložením získaných dat

The screenshot shows the ChemSpider website interface. At the top, there is a navigation bar with links for Home, About us, Web APIs, Help, My ChemSpider, Matej Chvala, and Sign out. The ChemSpider logo is prominently displayed, along with a search bar. Below the navigation bar, there are tabs for Simple, Structure, Advanced, and History. The main content area shows a search result for 'lanthanum nitrate'. The search term is 'lanthanum nitrate' (Found by approved synonym). The record includes the chemical structure, molecular formula (LaNaO9), average mass (324.920 Da), monoisotopic mass (324.869812 Da), and ChemSpider ID (23467). There is a 'COMMENT ON THIS RECORD' button and an 'Add data to this record' dropdown menu. Below the record details, there is a 'More details' section with a 'TAG' button. At the bottom, there is a 'No Spectra found' message and a 'Generate Leads' button.

Ilustrace 35: Náhled na ChemSpider.com Lanthanum nitrate po vložení získaných dat

▼ More details:

This record has not been tagged. + TAG

Names and identifiers

Properties

Searches

Spectra

Vendors

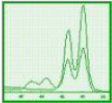
Articles

More ▼

ADD
EDIT

^ Infrared

Associated Hyperlink:
 Comments: La(NO3)3 · 4H2O Spectra normalized and corrected to baseline. Metadata within file. Bachelor thesis of Matej Chvala at TUL.cz under guidance of Martin Slavik. Measured at The Institute for Nanomaterials, Advanced Technology and Innovation TUL, <http://cxi.tul.cz/en/>
 Submitted by: [Matej Chvala](#)

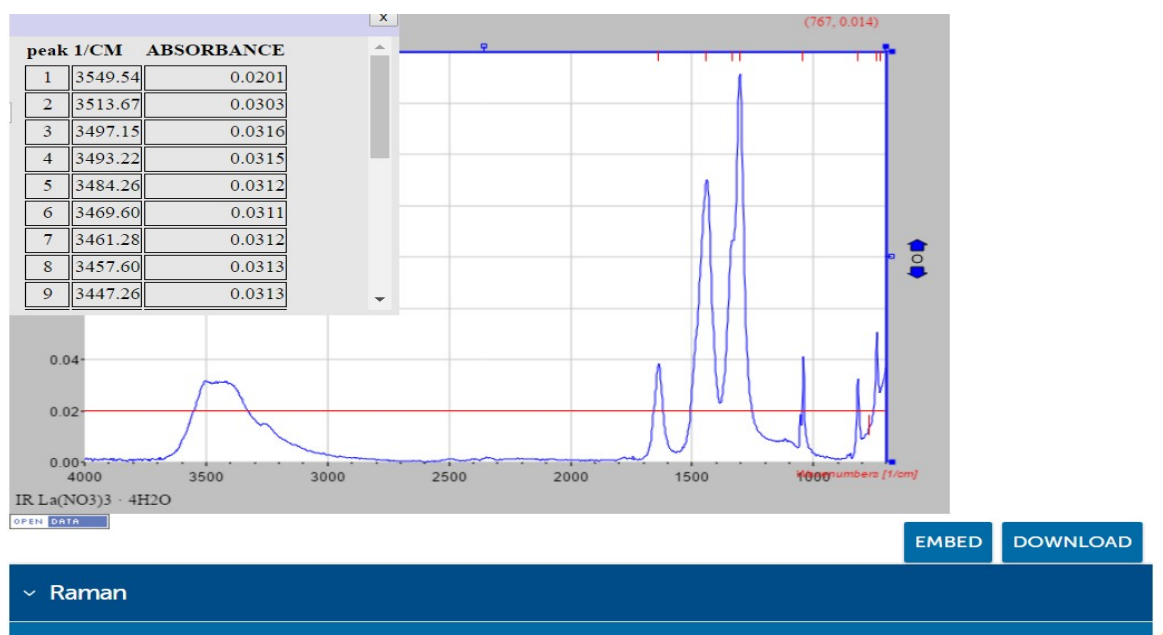


OPEN DATA
EMBED
DOWNLOAD

▼ Raman

▼ UV-Vis

Ilustrace 36: ChemSpider.com - interaktivní zobrazení spektra s tabulkou píků - vložená data



Ilustrace 37: ChemSpider.com - doplněná data - obrázek

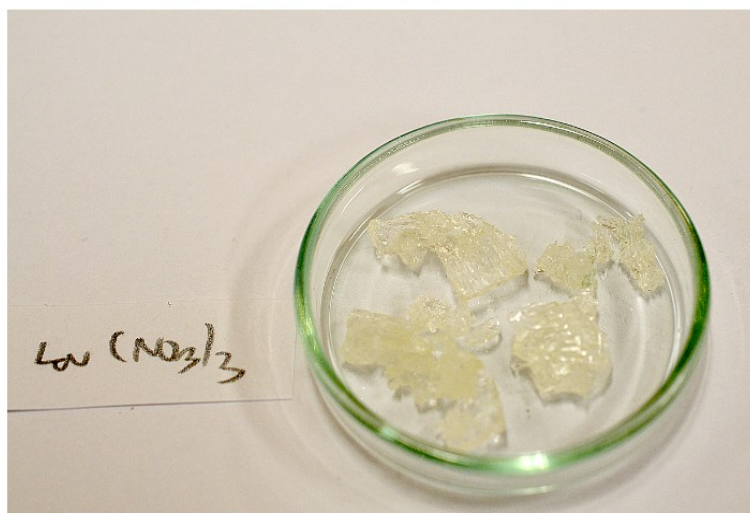
[Names and identifiers](#) [Properties](#) [Searches](#) [Spectra](#) [Vendors](#) [Articles](#) [Images ▾](#)

[EDIT](#)

[ADD](#)

Comments: Lanthanum nitrate hydrate. Bachelor thesis of Matej Chvala at TUL.cz under guidance of Martin Slavik.

Submitted by: [Matej Chvala](#)



[OPEN DATA](#)

[DOWNLOAD](#)

[rsc.org](#) > [Resources & tools](#) > [ChemSpider](#)

[Feedback](#)

5 Závěr

Připraveno bylo celkem 5 různých hydrátů dusičnanů (ceritého, erbitého, gadolinitého, lanthanitého, neodymitého) s výtěžky nad 80 % a 5 hydroxidů (ceritý, erbitý, gadolinitý, lanthanitý, neodymitý) s menšími výtěžky. Byly změřeny TGA, DSC a UV/VIS spektra všech pěti dusičnanů, dále byla změřena IČ spektra oxidů a z nich připravených hydrátů dusičnanů a také Ramanova spektra oxidů, hydroxidů a hydrátů dusičnanů.

Experimentálně bylo ověřeno, že krystalizaci dusičnanů je zapotřebí provádět při teplotě pod 30 °C jelikož, kvůli vysoké rozpustnosti, se mohou začít rozpouštět ve své vlastní krystalické vodě.

Všechna spektra byla publikována v databázi Chemspider.com ve formátu JDX. Tím byl zajištěn volný přístup k datům, včetně metadat s možností interaktivní manipulace. Při práci se osvědčilo využívání bezplatných softwarů LibreOffice a SpectraGryph, které i přes svoji volnou licenci poskytují velmi kvalitní prostředí pro práci a v některých ohledech svými funkcemi a uživatelskou přívětivostí převyšují své placené konkurenty. Dalším krokem pro rozšíření práce by mohlo být doplnění některých encyklopedických informací na wikipedii, popřípadě publikace práce ještě v dalších webových prostředích, aby užitečné informace z ní pronikly mezi veřejnost.

6 Literatura

ARAÚJO, Adriano Antunes Souza, Marília dos Santos BEZERRA, Sílvia STORPIRTIS a Jivaldo do Rosário MATOS, 2010. *Determination of the melting temperature, heat of fusion, and purity analysis of different samples of zidovudine (AZT) using DSC*. Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences [online]. **46**(1), 37–43 [vid. 2017-04-08]. Dostupné z: http://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1984-82502010000100005&script=sci_arttext .

BARRALL, Edward M., 1973. *Precise determination of melting and boiling points by differential thermal analysis and differential scanning calorimetry*. Thermochemica Acta [online]. **5**(4), 377–389 [vid. 2017-04-08]. ISSN 0040-6031. Dostupné z: doi:10.1016/0040-6031(73)80016-4.

BŘEZINA, František, 1986. *Chemické tabulky anorganických sloučenin*. B.m.: SNTL - Nakladatelství technické literatury.

BÜNZLI, Jean-Claude G., Etienne MORET a Jean-Robert YERSIN, 1978. *Vibrational spectra of anhydrous lanthanum, europium, gadolinium, and dysprosium nitrates and oxinitrates*. Helvetica Chimica Acta [online]. **61**(2), 762–771 [vid. 2017-05-13]. Dostupné z: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/hlca.19780610224/full>.

FRIEND, J. Newton, 1935. *The nitrates of lanthanum, and their solubilities in water*. Journal of the Chemical Society (Resumed) [online]. (0), 824–826 [vid. 2017-04-07]. ISSN 0368-1769. Dostupné z: doi:10.1039/JR9350000824.

GASPAR, Rafael Di Lazaro, Emille Martinazzo RODRIGUES, Italo Odone MAZALI a Fernando Aparecido SIGOLI, 2013. *Luminescent properties of passivated europium(iii)-doped rare earth oxide sub-10 nm nanoparticles*. RSC Advances [online]. **3**(8), 2794 [vid. 2017-05-21]. ISSN 2046-2069. Dostupné z: doi:10.1039/c2ra22532h

CHALK, Stuart J., 2016. The Open Spectral Database: an open platform for sharing and searching spectral data. Journal of Cheminformatics [online]. **8** [vid. 2017-04-08]. ISSN 1758-2946. Dostupné z: doi:10.1186/s13321-016-0170-2.

CHALK GROUP @ UNIVERSITY OF NORTH FLORIDA, nedatováno. *OSDB Home* [online] [vid. 2017-04-08]. Dostupné z: <http://osdb.info/>.

KLOUDA, Pavel. *Moderní analytické metody*. 2., upr. a dopl. vyd. Ostrava: Pavel Klouda, 2003. ISBN 80-86369-07-2.

LONG, K.R.; Van GOSEN, B.S.; FOLEY, N.K.; CORDIER, D. *The principal rare earth elements deposits of the United States - A summary of domestic deposits and a global perspective*. In: U.S. Geological Survey Scientific Investigations Report 2010–5220 [online]. 2010-11-16 [cit. 2012-07-08]. Dostupné z: <http://pubs.usgs.gov/> .

MARTI, Erwin E., 1972. *Purity determination by differential scanning calorimetry*. Thermochemica Acta [online]. **5**(2), 173–220 [vid. 2017-05-21]. ISSN 0040-6031. Dostupné z: doi:10.1016/0040-6031(72)85022-6.

MENGES, Friedrich, nedatováno. Spectragryph – optical spectroscopy software. [online] [vid. 2017-04-08]. Dostupné z: <http://spectragryph.com/> .

MORRIS, D. E. a D. E. HOBART, 1988. *Raman spectra of the lanthanide oxalates*. Journal of Raman spectroscopy [online]. **19**(4), 231–237 [vid. 2017-05-13]. Dostupné z: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/jrs.1250190403/full> .

NAKAMOTO, Kazuo, 2009. *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds, Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*. Part B edition. Hoboken, N.J: Wiley-Interscience. ISBN 978-0-471-74493-1.

NYQUIST, Richard A. a Ronald O. KAGEL, 2012. *Handbook of Infrared and Raman Spectra of Inorganic Compounds and Organic Salts: Infrared Spectra of Inorganic Compounds*. B.m.: Academic Press. ISBN 978-0-08-087852-2.

PATIL, K. C., R. K. GOSAVI a C.No R. RAO, 1967. *Infrared spectra and thermal decomposition of metal nitrites and nitrates*. Inorganica Chimica Acta [online]. **1**, 155–160 [vid. 2017-04-18]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020169300931608> .

QUILL, Laurence L., Richard F. ROBEY a Sam SEIFTER, 2008. *The Rare Earth Metals and Their Compounds: Thermal Analysis of Rare Earth Nitrate Mixtures*. Einstein Journal of Biology and Medicine [online]. **24**(1), 26–31 [vid. 2017-04-02]. Dostupné z: <http://ojs.library.einstein.yu.edu/index.php/EJBM/article/view/63>.

ROYAL SOCIETY OF CHEMISTRY, nedatováno. *ChemSpider | Search and share chemistry* [online] [vid. 2017-05-09]. Dostupné z: <http://www.chemspider.com/> .

SIEKIERSKI, S., T. MIODUSKI a Mark SALOMON, ed., 1983. *Scandium, yttrium, lanthanum, and lanthanide nitrates*. Solubility Data Series, Vol. 13. International Union of Pure and Applied Chemistry. Pergamon Press, Oxford, 1983. ISBN 978-0-08-026192-8. Dostupné z: <https://srdata.nist.gov/solubility/IUPAC/iupac.aspx> .

STRYDOM, C. A. a C. P. J. VAN VUUREN, 1988. The thermal decomposition of lanthanum(III), praseodymium(III) and europium(III) nitrates. *Thermochimica Acta* [online]. **124**, 277–283 [vid. 2017-04-18]. ISSN 0040-6031. Dostupné z: [doi:10.1016/0040-6031\(88\)87030-8](https://doi.org/10.1016/0040-6031(88)87030-8) .

TriloByte Statistical Software. *QC Expert 3.3* [software]. Dostupné z: <http://www.trilobyte.cz/Nase-Produkty/QC-Expert.html>

WENDLANDT, W. W. a J. L. BEAR, 1960. Thermal decomposition of the heavier rare-earth metal nitrate hydrates: Thermobalance and differential thermal analysis studies. *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry* [online]. **12**(3–4), 276–280 [vid. 2017-04-18]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022190260803739> .

WENDLANDT, Wesley W., 1956. The thermolysis of the rare earth and other metal nitrates. *Analytica Chimica Acta* [online]. **15**, 435–439 [vid. 2017-04-18]. ISSN 0003-2670. Dostupné z: [doi:10.1016/0003-2670\(56\)80082-2](https://doi.org/10.1016/0003-2670(56)80082-2) .

7 Přílohy

Obsah CD-ROM

UV-vis	UV/VIS spektra
photo	Fotografie sloučenin
IR	Infračervená spektra
Raman	Ramanova spektra
TGA	Termogravimetrická analýza
DSC	Diferenční skenovací kalorimetrie
sw	Software
sem	Snímky skenovací elektronový mikroskop

Podadresář /normalized vždy obsahuje normalizovaná spektra