

# Obsah

|  |    |
|--|----|
| Předmluva akademika J. Heyrovského . . . . .                                     | 9  |
| Předmluva autora . . . . .   | 10 |
| <i>I. kapitola</i> Úvod do techniky oscilopolarografických měření . . . . .      | 11 |
| 1. Princip metody . . . . .  | 14 |
| 1.1 Polarizace vnučeným střídavým proudem . . . . .                              | 14 |
| 1.2 Stejnoseměrná složka střídavého proudu . . . . .                             | 17 |
| 1.3 Elektronkový osciloskop . . . . .  | 20 |
| 1.4 Derivované křivky . . . . .  | 22 |
| 2. Význam křivky $dE/dt = f(E)$ . . . . .  | 23 |
| 2.1 Elektrodové děje, které lze sledovat oscilopolarografickou metodou . . . . . | 24 |
| 2.1.1 Elektrolytické děje . . . . .  | 24 |
| 2.1.2 Kapacitní děje . . . . .   | 26 |
| 2.2 Kvalitativní analýza . . . . .   | 26 |
| 2.3 Kvantitativní analýza . . . . .  | 30 |
| 2.3.1 Stanovení pomocí kalibrační křivky . . . . .                               | 30 |
| 2.3.2 Titrační stanovení . . . . .   | 32 |
| 2.3.3 Mikroanalytické stanovení . . . . .  | 35 |
| 3. Základní roztoky . . . . .  | 39 |
| 3.1 Volba základního roztoku . . . . .   | 39 |
| 3.2 Kompenzace spádu napětí v roztoku . . . . .                                  | 40 |
| 3.3 Použití nevodných rozpouštědel . . . . .                                     | 41 |
| 4. Elektrody . . . . .   | 41 |
| 4.1 Indikační elektrody . . . . .  | 41 |
| 4.1.1 Rtuťová kapková elektroda . . . . .  | 41 |
| 4.1.2 Rtuťová trysková elektroda . . . . .                                       | 42 |
| 4.1.3 Stálé elektrody . . . . .  | 43 |
| 4.2 Referentní elektrody . . . . .   | 44 |
| 5. Elektrolytické nádoby . . . . .   | 44 |
| 6. Přístroje pro oscilografickou polarografii . . . . .                          | 46 |
| 6.1 Polaroskop P 524 . . . . .   | 47 |
| 6.2 Polaroskop P 576 . . . . .   | 48 |
| 6.2.1 Význam a funkce ovládacích prvků . . . . .                                 | 50 |
| 6.3 Polaroskop P 591 . . . . .   | 52 |
| 6.3.1 Význam a funkce ovládacích prvků . . . . .                                 | 52 |
| <i>II. kapitola</i> Příklady využití oscilopolarografické metody . . . . .       | 54 |
| 1. Anorganické sloučeniny . . . . .  | 54 |
| 1.1 Kyslík . . . . .   | 54 |

|      |   |     |
|------|---|-----|
| 1.2  | Vodík . . . . .   | 55  |
| 1.3  | Prvky I. až III. hlavní skupiny periodické soustavy . . . . .   | 55  |
| 1.4  | Prvky I. až III. vedlejší skupiny periodické soustavy . . . . . | 57  |
| 1.5  | Prvky IV. skupiny periodické soustavy . . . . .                 | 62  |
| 1.6  | Prvky V. skupiny periodické soustavy . . . . .                  | 65  |
| 1.7  | Prvky VI. skupiny periodické soustavy . . . . .                 | 66  |
| 1.8  | Prvky VII. skupiny periodické soustavy . . . . .                | 71  |
| 1.9  | Prvky VIII. skupiny periodické soustavy . . . . .               | 73  |
| 1.10 | Chování amalgam . . . . .                                       | 77  |
| 2.   | Mikroanalytické stanovení některých kovů . . . . .              | 77  |
| 2.1  | Stanovení nečistot v chemikáliích . . . . .                     | 78  |
| 3.   | Organické sloučeniny . . . . .                                  | 80  |
| 3.1  | Alifatické sloučeniny . . . . .                                 | 80  |
| 3.2  | Aromatické sloučeniny . . . . .                                 | 90  |
| 3.3  | Alkaloidy . . . . .   | 109 |
| 3.4  | Hormony . . . . .   | 114 |
| 3.5  | Vitamíny . . . . .  | 115 |
| 3.6  | Antibiotika . . . . .   | 115 |
| 3.7  | Bílkoviny . . . . .   | 115 |
| 4.   | Kritéria používaná při studiu elektrodoých dějů . . . . .       | 116 |
| 5.   | Reakčně kinetická měření . . . . .                              | 120 |
| 6.   | Použití v průmyslové hygieně a toxikologii . . . . .            | 121 |
| 7.   | Depolarizace suspenzemi nerozpustných látek . . . . .           | 122 |
| 8.   | Oscilopolarografické chování emulzí . . . . .                   | 124 |

### III. kapitola Praktické úlohy

|      |  |     |
|------|--|-----|
|      | k oscilopolarografickým měřením . . . . .                      | 126 |
| 1.   | Uvedení přístroje do chodu . . . . .                           | 126 |
| 2.   | Příprava elektrod . . . . .                                    | 127 |
| 3.   | Anorganické depolarizátory . . . . .                           | 129 |
| 4.   | Sestavení tabulky depolarizátorů . . . . .                     | 131 |
| 5.   | Rtuťová trysková elektroda. Organické depolarizátory . . . . . | 133 |
| 6.   | Kapacitní jevy . . . . .                                       | 133 |
| 7.   | Artefakty . . . . .  | 134 |
| 8.   | Kompenzace spádu napětí v roztoku . . . . .                    | 135 |
| 9.   | Použití nevodných rozpouštědel . . . . .                       | 136 |
| 10.  | Měření potenciálu zářezu . . . . .                             | 137 |
| 10.1 | Srovnávací metoda pomocí dvou depolarizátorů . . . . .         | 137 |
| 10.2 | Srovnávací metoda pomocí jednoho depolarizátoru . . . . .      | 137 |
| 10.3 | Absolutní měření . . . . .                                     | 138 |
| 11.  | Měření hloubky zářezu . . . . .                                | 139 |
| 12.  | Mikroanalýza . . . . .   | 140 |
| 12.1 | Fotografický záznam křivek . . . . .                           | 143 |
| 13.  | Přenášení amalgamy do „prázdného“ základního roztoku . . . . . | 144 |
| 14.  | Komparační měření pomocí dvou křivek . . . . .                 | 145 |
| 15.  | Nepřímá stanovení . . . . .                                    | 147 |
| 16.  | Sledování kinetiky rozkladu některých látek . . . . .          | 148 |

|  |     |
|--|-----|
| 17. Reakčně kinetická měření . . . . .   | 151 |
| 18. Oscilopolarografické titrace . . . . .   | 152 |
| 19. Kritéria k posuzování elektrodoových dějů . . . . .  | 153 |
| 20. Vliv želatiny na jedoelektronovou a víceelektronovou redukci . . . . .                                       | 155 |
| 21. Oscilopolarografická redukce suspenzí nerozpustných sloučenin . . . . .                                      | 156 |
| 22. Fotografování křivek . . . . .   | 157 |
| 23. Některá měření na polaroskopu . . . . .  | 158 |
| 23.1 Měření proudu . . . . .   | 158 |
| 23.2 Výpočet hustoty proudu . . . . .  | 161 |
| 23.3 Zjišťování linearity horizontálního zesilovače . . . . .  | 161 |
| <i>IV. kapitola</i> Údržba přístrojů a konstrukce některých pomocných elektrických obvodů . . . . .              | 162 |
| 1. Některé poruchy na přístroji a návod k jejich odstranění . . . . .  | 162 |
| 1.1 Přerušovaná osa nebo křivka u Polaroskopu P 576 . . . . .  | 162 |
| 1.2 Oscilace na křivce . . . . .   | 162 |
| 1.3 Prokluzování lanka . . . . .   | 162 |
| 1.4 Příliš energický pohyb klepátka . . . . .  | 164 |
| 1.5 Obrazovka nekreslí po celé ploše . . . . .   | 164 |
| 1.6 Porucha usměrňovacích elektronek . . . . .   | 164 |
| 1.7 Vadný vodorovný posun křivky u Polaroskopu P 524 . . . . .   | 164 |
| 2. Návrhy na konstrukci některých pomocných obvodů . . . . .   | 165 |
| 2.1 Mikroanalytické zařízení k Polaroskopu P 524 . . . . .   | 165 |
| 2.2 Synchronizační zařízení pro fotografování oscilogramů . . . . .  | 166 |
| 2.3 Přídavné zařízení k elektronkovému osciloskopu, sloužící k sledování oscilopolarografických křivek . . . . . | 167 |
| 2.4 Současné pozorování křivky $E = f(t)$ a $dE/dt = f(E)$ . . . . .   | 167 |
| Literatura . . . . .   | 168 |
| Rejstřík . . . . .   | 173 |