

OBSAH

I. Odměrná analýza

1. Úvod	11
2. Základní pojmy	12
2.1 Princip odměrného stanovení	12
3. Roztoky používané v odměrné analýze a jejich koncentrace	14
3.1 Pojem ekvivalentu a normálního roztoku	14
3.2 Příklady odvození gramekvivalentů chemických látek pro normální roztoky u různých druhů reakcí	15
4. Základní látky v odměrné analýze	19
5. Korekční faktor odměrného roztoku	20
5.1 Příklady výpočtů faktoru	20
6. Rozdělení odměrné analýzy	24
6.1 Neutralizační analýza	24
6.2 Oxidimetrie a reduktometrie	25
6.3 Titrace odměrnými srážecími roztoky a roztoky tvořícími nedisociované sloučeniny	25
6.4 Chelatometrická (komplexometrická) stanovení	26
7. Neutralizační analýza	27
7.1 Neutralizace, iontový součin vody, hodnoty pH	27
7.2 Indikátory v neutralizační analýze	32
7.3 Volba indikátoru pro neutralizační stanovení. Pojem ekvivalenčního bodu	35
7.4 Základní látky v alkalimetrii, příprava odměrných roztoků a stanovení korekčních faktorů	39
7.4.1 Příprava ca 0,2N roztoku KOH nebo NaOH	39
7.4.2 Příprava přesně 0,2N roztoku kyseliny šťavelové	41
7.4.3 Stanovení faktoru ca 0,2N roztoku NaOH na 0,2N roztok kyseliny šťavelové	41
7.4.4 Příklady výpočtů zředění a zesílení ca 0,2N-NaOH	43
7.5 Základní látky v acidimetrii, příprava odměrných roztoků a stanovení jejich korekčních faktorů	45
7.5.1 Příprava ca 0,2N roztoku kyseliny chlorovodíkové	46
7.5.2 Příprava ca 0,2N roztoku kyseliny sírové	47
7.5.3 Stanovení faktoru ca 0,2N roztoku kyseliny chlorovodíkové na bezvodý uhličitan sodný, p.a.	48
7.5.4 Stanovení faktoru ca 0,2N roztoku HCl na 0,2N-NaOH známého faktoru	50
7.6 Obecné návody k výpočtu množství stanovované látky ve vzorku	52
7.7 Neutralizační stanovení	54

7.7.1	Alkalický hydroxid vedle uhličitanu v technickém NaOH nebo KOH	54
7.7.2	Hydrouhličitán alkalický vedle normálního uhličitanu podle Winklera	57
7.7.3	Dusík ve sloučeninách	59
7.7.3.1	Dusík v amonné soli	59
7.7.3.2	Dusík v dusičnanech a dusitanech	63
7.7.3.3	Dusík v organických látkách	66
7.7.3.4	Přehled stanovení jednotlivých forem dusíku ve smíšených hnojivech	69
7.7.4	Organické karbonové kyseliny	70
7.7.5	Stanovení čísla kyselosti rostlinného tuku a oleje	72
7.7.6	Stanovení čísla kyselosti nebo neutralizačního čísla minerálních olejů	72
7.7.7	Stanovení čísla zmýdelnění rostlinného tuku a oleje	73
7.7.8	Číslo zmýdelnění minerálních olejů	74
7.7.9	Stanovení hydroxylového čísla rostlinného tuku	74
8.	Oxidimetrie a reduktometrie	77
8.1	Úvod	77
8.2	Redukčně oxidační potenciály	78
8.3	Redukčně oxidační indikátory	80
9.	Manganometrie	82
9.1	Základní látky v manganometrii, příprava odměrných roztoků a stanovení jejich korekčních faktorů	82
9.1.1	Příprava ca 0,1N roztoku manganistanu draselného	83
9.1.2	Odvození ekvivalentu základních manganometrických látek a stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku $KMnO_4$	84
9.2	Manganometrická stanovení	87
9.2.1	Železnaté sloučeniny	87
9.2.2	Železité sloučeniny	89
9.2.3	Stanovení železa v železných rudách	92
9.2.4	Peroxid vodíku	93
9.2.5	Peroxid barnatý a peroxid sodný	95
9.2.6	Dusitany	96
9.2.7	Manganometrické stanovení některých organických látek rozpustných ve vodě	97
9.2.7.1	Stanovení kyseliny mravenčí	97
9.2.7.2	Stanovení anhydridu kyseliny octové v technickém produktu.	98
10.	Titrace roztokem dvojchromanu draselného (bichromatometrie)	100
10.1	Příprava 0,1N roztoku dvojchromanu draselného	100
10.2	Výhody odměrného roztoku dvojchromanu draselného	100
10.3	Indikátory	101
10.4	Bichromatometrická stanovení	101
10.4.1	Stanovení železnatých sloučenin podle J. Knopa	101
10.4.2	Stanovení železitých sloučenin	102
10.4.3	Stanovení železa v železné rudě rozložitelné kyselinou chlorovodíkovou	102
11.	Jodometrie	104
11.1	Indikátory	105
11.2	Základní látky v jodometrii, příprava odměrných roztoků a stanovení jejich korekčních faktorů	106
11.2.1	Příprava ca 0,1N roztoku jódu	106

11.2.2	Příprava ca 0,1N roztoku thiosíranu sodného	107
11.2.3	Odvození ekvivalentů základních jodometrických látek a stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku thiosíranu sodného	108
11.2.4	Stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku jódu	110
11.3	Jodometrická stanovení	110
11.3.1	Stanovení peroxidu vodíku v kyselém a alkalickém prostředí	110
11.3.2	Stanovení dvojných vazeb v organických sloučeninách, založené na adici halogenu	112
11.3.2.1	Stanovení jódového čísla tuků, olejů a mastných kyselin podle Hanuše	114
12.	Titrace odměrným roztokem bromičnanu draselného	116
12.1	Příprava 0,1N roztoku bromičnanu draselného	116
12.2	Indikátory	117
12.2.1	Stanovení antimonytých solí	117
13.	Reduktometrie — titanometrie	119
13.1	Indikátory	119
13.1.1	Příprava ca 0,1N roztoku chloridu titanitého	119
13.1.2	Stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku chloridu titanitého na síran železito-amonný	120
13.1.3	Titanometrické stanovení železa v železité soli	121
14.	Metody diazotační a kopulační	122
14.1	Stanovení primárních aromatických aminů diazotační metodou	122
14.1.1	Rozpouštění aminosloučenin a postup při diazotaci	122
14.1.2	Indikace ekvivalenčního bodu	123
14.1.3	Odvozování ekvivalentů aminů analyzovaných diazotační metodou	123
14.1.4	Příprava a stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku dusitanu sodného	124
14.1.5	Stanovení kyseliny sulfanilové diazotační metodou	125
14.2	Stanovení aromatických aminosloučenin a hydroxysloučenin kopulační metodou	126
14.2.1	Indikace ekvivalenčního bodu	127
14.2.2	Příprava odměrných roztoků diazoniových solí a stanovení jejich korekčních faktorů	128
14.2.3	Stanovení α -naftolu	130
15.	Titrace odměrnými srážecími roztoky	132
15.1	Podstata srážecích metod	132
15.2	Indikátory	132
15.3	Argentometrie	133
15.3.1	Příprava ca 0,1N roztoku dusičnanu stříbrného	134
15.3.2	Příprava 0,1N roztoku chloridu sodného	134
15.3.3	Stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku AgNO_3 na 0,1N roztok chloridu sodného	135
15.3.4	Příprava ca 0,1N roztoku rodanidu draselného nebo amonného	135
15.3.5	Stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku KSCN na 0,1N roztok dusičnanu stříbrného známého faktoru	135
15.3.6	Argentometrická stanovení	136
15.3.6.1	Chloridy podle Mohra	136
15.3.6.2	Chloridy podle Volharda	137
16.	Titrace odměrnými roztoky tvořícími nedisociované sloučeniny nebo sloučeniny komplexní	139

16.1	Titrace odměrným roztokem dusičnanu rtuťnatého — merkuri- metrie	139
16.1.1	Indikátory	139
16.1.2	Příprava ca 0,1N roztoku dusičnanu rtuťnatého	140
16.1.3	Stanovení korekčního faktoru ca 0,1N roztoku dusičnanu rtuťnatého na 0,1N roztok chloridu sodného	141
16.1.4	Merkurimetrická stanovení	141
16.1.4.1	Chloridy podle Votočka	141
16.2	Základy chelatometrických (komplexometrických) stanovení	142
16.2.1	Vznik a vlastnosti komplexů	143
16.2.2	Chelatometrické indikátory	145
16.2.3	Ústojné roztoky	148
16.2.4	Základní odměrné roztoky pro chelatometrická stano- vení	149
16.2.4.1	Odměrný roztok chelatonu 3	149
16.2.4.2	Stanovení korekčního faktoru 0,05M roztoku chelatonu 3	149
16.2.5	Rozdělení chelatometrických titrací	151
16.2.6	Příklady chelatometrických stanovení jednotlivých kationtů	152
16.2.6.1	Přímá titrace: stanovení hořčíku, vizmutu a vápníku	152
16.2.6.2	Nepřímá titrace: stanovení hliníku	153
16.2.7	Chelatometrické stanovení kationtů ve směsích	153
16.2.8	Příklady chelatometrických stanovení kationtů ve smě- sích	155
16.2.8.1	Chelatometrické stanovení vápníku a hořčíku v nepřítomnosti seskvioxidů v uhlíčitanech a křemičitanech rozpustných v kyselině chlorovo- díkové	155
16.2.8.2	Stanovení CaO vedle malého množství MgO (max. 10 %) v přítomnosti seskvioxidů v uhlí- čitanech a křemičitanech rozpustných v kyseli- ně chlorovodíkové	156
16.2.8.3	Chelatometrické stanovení celkové tvrdosti vody	157
16.2.9	Způsoby chelatometrických stanovení založené na titraci kyseliny uvolněné při reakci mezi roztokem kovové soli Me^{2+} a odměrným roztokem chelatonu	158
17.	Příklady z odměrné analýzy	160

II. Základy fyzikálně chemických metod

18.	Kolorimetrie	166
18.1	Základní pojmy	166
18.2	Barevné filtry	168
18.3	Kolorimetrie	168
18.4	Fotometrie	169
18.5	Fotokolorimetrie	171
18.6	Přehled kolorimetrických a fotokolorimetrických stanovení	173
19.	Konduktometrie	174
19.1	Základní pojmy	174
19.2	Měření odporu elektrolytů	175
19.3	Konduktometrické (vodivostní) titrace	176

20.	Potenciometrie	178
20.1	Základní pojmy	178
20.2	Potenciometry	180
20.3	Měření pH	181
20.4	Potenciometrické titrace	182
21.	Elektroanalýza	184
21.1	Základní pojmy	184
21.2	Rozdělení iontů do elektroanalytických skupin	186
21.3	Zařízení pro elektroanalýzu	187
21.4	Stanovení mědi a olova v mosazi nebo bronzu	188
22.	Polarografie	191
22.1	Princip polarografie	191
22.2	Polarograf	192
22.3	Kvalitativní a kvantitativní polarografická analýza	193
22.4	Vyhodnocování polarogramu	194
22.5	Polarometrické (ampérometrické) titrace	195
23.	Stanovení viskozity	196
23.1	Viskozimetry	197

III. Technické rozbory

24.	Rozbor křemičitanů nerozložitelných v kyselině chlorovodíkové	201
24.1	Stanovení kysličníku křemičitého	201
24.2	Stanovení kysličníků kovů amoniakové skupiny	203
24.3	Stanovení kysličníku vápenatého	203
24.4	Stanovení kysličníku hořečnatého	206
25.	Rozbor vody	207
25.1	Rozdělení vod	207
25.2	Vyšetřování vod	208
25.3	Vzorkování vod pro laboratorní vyšetřování	208
25.4	Druhy vzorků vod	209
25.5	Nádoby na vzorky vod, celková manipulace při odběru vzorků a odesílání vzorků k laboratornímu rozboru	209
25.6	Všeobecné zkoušky	210
25.7	Fyzikální vyšetřování vody	211
25.7.1	Zjišťování teploty	211
25.7.2	Stanovení pH	211
25.7.3	Stanovení elektrické vodivosti	214
25.8	Chemický rozbor vody	216
25.8.1	Stanovení celkového odparku	216
25.8.2	Stanovení rozpuštěných látek	216
25.8.3	Stanovení zbytku po vyžhání odparku	217
25.8.4	Stanovení ztráty žháním	217
25.8.5	Stanovení solnosti	217
25.8.6	Stanovení křemičitanů	219
25.8.7	Stanovení železa	221
25.8.8	Stanovení manganu	223
25.8.9	Stanovení vápníku	224
25.8.10	Stanovení hořčíku	225
25.8.11	Stanovení celkové tvrdosti vody	225
25.8.12	Stanovení různých forem kyseliny uhličitě	227
25.8.13	Stanovení chloridů	230
25.8.14	Stanovení síranů	232
25.8.15	Stanovení rozpuštěného kyslíku	233

	25.8.16 Stanovení amoniaku	234
	25.8.17 Stanovení dusitanů	236
	25.8.18 Stanovení dusičnanů	237
26.	Rozbor superfosfátu	239
	26.1 Vázkové stanovení celkového P_2O_5	239
	26.2 Stanovení kyseliny fosforečné rozpustné ve vodě vázkovou metodou	241
	26.3 Odměrné stanovení volné kyseliny vyjádřené jako P_2O_5	243
	26.4 Vázkové stanovení kyseliny sírové	243
	26.5 Stanovení vlhkosti superfosfátu	244
27.	Technický rozbor minerálních olejů	245
	27.1 Posuzování vzhledu a orientační zkoušky	245
	27.2 Hustota minerálních olejů	246
	27.3 Viskozita minerálních olejů	246
	27.4 Teplota vzplanutí a hoření minerálních olejů	249
	27.5 Teplota tuhnutí minerálních olejů	250
	27.6 Karbonizační zkouška minerálních olejů	250
	27.7 Neutralizační číslo minerálních olejů	251
	27.7.1 Stanovení neutralizačního čísla minerálního oleje se zřetelnou indikací	252
	27.8 Číslo zmýdelnění minerálních olejů	253
	27.8.1 Stanovení čísla zmýdelnění minerálních olejů	254
	27.8.2 Stanovení kyselosti minerálních olejů potenciometricky	255
28.	Rozbor nitrační směsi	258
	28.1 Vzorkování nitrační směsi	258
	28.2 Stanovení celkové acidity	258
	28.3 Stanovení kyseliny dusité	259
	28.4 Stanovení kyseliny dusičné	259
	28.5 Stanovení kyseliny sírové	260
	28.6 Stanovení suspendovaných látek	260
29.	Rozbor glycerínu	262
	29.1 Vzorkování glycerínu	262
	29.2 Stanovení hodnoty glycerínu	263
	29.2.1 Stanovení dvojchromanovou metodou	263
	29.2.2 Stanovení jodistanovou metodou	265
	29.2.3 Stanovení acetylační metodou	265
	29.3 Stanovení popela v glycerínu	266
30.	Rozbor fenoplastů	267
	30.1 Stanovení volného fenolu	267
	30.2 Stanovení volného formaldehydu	269
	30.3 Obsah amoniaku	270
	30.4 Stanovení acetonového extraktu	272
	Doporučená literatura	274