Obsah II. dílu.

Úvod 7

Kationty.

I. skupina analytická 13

Stříbro.

Principy stanovení 13
Jiné způsoby stanovení stříbra, nespadající do vážkové makroanalysy . 22

Popis stanovení.

A. *Minerální sraženiny:*

1. $Ag^{\cdot}$ jako AgCl 23
Příklad použití chloridového způsobu k stanovení stříbra ve slitině Ag s Cu (v minci) 24
2. $Ag^{\cdot}$ jako AgBr 24
3. $Ag^{\cdot}$ jako AgJ 25
Příklad užití jodidového způsobu k stanovení stříbra v sehnaném olovu 26
4. $Ag^{\cdot}$ jako AgCN 26

Příklady praktického využití:

a) Stříbro v galvanické stříbrné lázni 27
b) Stříbro v amalgamu 27
c) Stříbro v obchodní rtuti 28

B. *Organická sraženiny:*

$Ag^{\cdot}$ jako $[AgJ_2]_2\,[Cu(CH_3 . CH(NH_2) . CH_2 . NH_2)_2]$ 29

C. *Stříbro jako kov na suché a mokré cestě:*

Odhánění — kupelace 30
Stříbro elektroanalyticky 31

Popis elektroanalytických stanovení stříbra.

I. Srážení stříbra z prostředí kyseliny dusičné:

a) Stacionárně 33
b) Rotačně 33
c) Dělení: stacionárně a rotačně 33

II. Srážení stříbra z prostředí kyseliny octové 33
III. Srážení stříbra z prostředí zředěné kyseliny sírové:
a) Stacionárně 34
b) Rotačně 34
c) Dělení: stacionárně a rotačně 34
IV. Srážení stříbra z amoniakového komplexu:
a) Stacionárně 34
b) Rotačně 35
c) Dělení: stacionárně a rotačně 35
V. Srážení stříbra z kyanidového komplexu:
a) Stacionárně 35
b) Rotačně 35
c) Dělení: stacionárně a rotačně 36
Příklad elektroanalytického stanovení stříbra ve slitině . . 36

Olovo.
Principy stanovení 37
Jiné způsoby stanovení olova, nespadající do vážkové makroanalysy . . 43

Popis stanovení.
A. *Minerální sražedla:*
1. $Pb^{··}$ jako $PbSO_4$ 44
a) Postup pro čistý roztok olovnatý 45
b) Postup pro malá množství olova v přítomnosti Cu (Zn, Cd) 46
Příklady praktického využití stanovení $Pb^{··}$ jako $PbSO_4$ ve slitinách (v tvrdém olovu, liteřině, pájce neb v komposicích) . . 46
2. $Pb^{··}$ jako $PbCO_3$ 48
a) Postup srážení $Pb^{··}$ amoniakovým uhličitanem amonným i v přítomnosti kationtů: $Ag^{·}$, $Cu^{··}$, $Hg^{··}$, $Ni^{··}$, $Co^{··}$ 49
b) Postup srážení $Pb^{··}$ uhličitanem amonným v přítomnosti $Cd^{··}$ 49
c) Postup srážení $Pb^{··}$ kysličníkem uhličitým v pyridinovém prostředí i v přítomnosti kationtů: $Ag^{·}$, $Hg^{··}$, $Co^{··}$, $Ni^{··}$, $Tl^{·}$ a $Mg^{··}$ 50
3. $Pb^{··}$ jako $Pb_3(PO_4)_2$ 51
a) Postup dělení $Pb^{··}$ jako fosfát od $Ag^{·}$ 51
b) Postup dělení olova od antimonu, případně malých množství mědi a cínu v liteřině nebo v tvrdém olovu fosfátovým způsobem 51
4. $Pb^{··}$ jako $PbCrO_4$ 52
5. $Pb^{··}$ jako PbO_2 neb PbO (po vyžíhání) 52
a) Chemické srážení 52
b) Elektroanalytické srážení 54
Stacionární postup 55
Rotační postup 56

B. *Organická sražedla:*
1. $Pb^{··}$ v pyridinovém prostředí rhodanidem jako Pb(OH)CNS . . 56
2. $Pb^{··}$ anthranilanem sodným jako $Pb[C_6H_4(NH_2)CO_2]_2$ 57

2. $Rh^{\cdots}$ hydrolyticky kyselým uhličitanem sodným 317
3. Rhodium elektroanalyt cky 318

Stanovení platiny:

1. $PtCl_6''$ jako $(NH_4)_2PtCl_6$ 319
2. $PtCl_6''$ po redukci kyselinou mravenčí jako kov 320
3. $PtCl_6''$ po redukci síranem železnatým v alkalickém prostředí jako kov 321
4. $PtCl_6''$ po srážení sirovodíkem jako kov 322
5. Platina elektroanalyticky 322

Popis elektroanalytických stanovení 323
a) Stacionárně z prostředí kyseliny sírové 323
b) Rotačně z prostředí kyseliny sírové 323
c) Rotačně z octanového prostředí 323

Stanovení palladia 324

A. *Minerální sraženia:*

1. Pd'' redukcí mravenčanem sodným nebo hydrazinem jako kov 324
2. Pd'' redukcí kysličníkem uhelnatým jako kov 325
3. Pd'' z isolovaného $Pd(CN)_2$ jako kov 325

B. *Palladium elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytických stanovení palladia.
I. Srážení palladia z prostředí kyseliny sírové:
a) Stacionárně 326
b) Rotačně 327
II. Srážení palladia z octově octanového prostředí rotačně . 327
III. Dělení zlata od palladia 327

C. *Organická sraženia:*

1. Pd'' v isolované sraženině, získané α-nitroso-β-naftolem, jako kov 328
2. Pd'' o-aminobenzoanem sodným jako $Pd(NH_2 . C_6H_4 . CO_2)_2$. 329
3. Pd'' salicylaldoximem jako $Pd(HO . C_6H_4 . CH = NO)_2$ 329
4. Pd'' o-hydroxychinolinem jako $Pd(C_9H_6NO)_2$ 330
5. Pd'' ve sraženině, získané diacetyldioximem, jako kov 331
6. Pd'' benzoylmethylglyoximem jako $Pd(C_{10}H_9N_2O_3)_2$ 332

Příklad rozboru slitiny: Pd, Pt, Au a Ag 333

Vanad. Molybden. Wolfram.

Principy stanovení 334
Jiné způsoby stanovení vanadu, molybdenu a wolframu, nespadající do vážkové makroanalysy 339

Popis stanovení wolframu, molybdenu a vanadu.

Rozpouštění wolframového materiálu 341

Stanovení wolframu:

1. WO_4'' jako WO_3 342

Praktické příklady:

a) Wolfram jako WO_3 v rudě (strusce), rozložené na mokré cestě 345
b) Wolfram jako WO_3 v rudě nebo strusce, rozložené na suché cestě 346
c) Wolfram jako WO_3 ve wolframové bronzové barvě . . . 347

d) Wolfram jako WO_3 ve wolframovém prášku:
1. po rozkladu práškového wolframu na mokré cestě, není-li přítomen molybden 348
2. po rozkladu prášku na suché cestě v přítomnosti molybdenu 349
3. po rozkladu prášku na suché cestě, není-li přítomen molybden 350
e) Wolfram jako WO_3 ve wolframových ocelích:
1. po rozkladu ocele kyselinou dusičnou 351
2. po rozkladu ocele lučavkou královskou 351
3. po rozkladu ocele lučavkou královskou, jsou-li vedle W přítomny i Mn, Cr, (S, P) 352
f) Wolfram jako WO_3 ve ferrowolframu po rozkladu na mokré cestě:
1. po rozkladu ferrowolframu směsí kyselin dusičné a fluorovodíkové 353
2. po rozkladu slitiny bromem a kyselinou solnou 354
g) Wolfram jako WO_3 ve ferrowolframu destilací na suché cestě 354
2. WO_4" v ssedlině, získané chloridem cinchoninu, jako WO_3 . . . 355

Praktické příklady:
a) Wolfram jako WO_3 chloridem cinchoninu v rudě (strusce) po rozkladu na mokré cestě 356
b) Wolfram jako WO_3 chloridem cinchoninu ve slitině po rozkladu na suché cestě 357
c) Wolfram jako WO_3 chloridem cinchoninu v oceli po rozkladu na mokré cestě 358
3. WO_4" jako WO_3 po vyžíhání vyloučeného arsenowolframanu chininu 358
4. WO_4" jako WO_3 po vyžíhání sraženého Hg_2WO_4 361

Praktické příklady:
a) Wolfram jako WO_3 dusičnanem rtuťným v rudě, prosté fosforu a chromu, po rozkladu na suché cestě 363
b) Wolfram jako WO_3 dusičnanem rtuťným v rudě s větším obsahem SiO_2 po rozkladu na suché cestě 364
c) Wolfram jako WO_3 dusičnanem rtuťným v chromowolframové oceli 364
5. WO_4" jako WO_3 vyžíháním vyloučeného wolframanu benzidinu nebo o-toluidinu 365
6. WO_4" o-hydroxychinolinem jako $(C_9H_6NO)_2WO_2$ 366
a) Postup srážení WO_4" v octovém prostředí 367
b) Postup srážení WO_4" ve šťavelanovém prostředí 367
c) Dělení WO_4" od $Sn^{\cdots}$ ve šťavelanovém prostředí 368
7. WO_4" jako WO_3 žíháním vyloučeného wolframanu vanilidenbenzidinu 370
8. WO_4" jako WO_3 α-naftylaminem 371
9. WO_4" jako WO_3 nitronem 371
10. WO_4" jako WO_3 síranem nebo octanem chininu 372
Rozpouštění molybdenového materiálu 372

Stanovení molybdenu:

1. MoO_4" jako MoO_3 žíháním vyloučeného MoS_3 373

Praktické příklady:
a) Molybden jako MoO_3 sirníkovou methodou v rudě nebo slitině po rozkladu na mokré cestě 376

b) Molybden jako MoO_3 sirníkovou methodou v rudě nebo slitině po rozkladu na suché cestě 376
2. MoO_4'' jako $PbMoO_4$ 377
3. MoO_4'' jako MoO_3 dusičnanem rtuťným 378
4. MoO_4'' o-hydroxychinolinem jako $MoO_2(C_9H_6NO)_2$ 379
5. MoO_4'' jako MoO_3 vanilidenbenzidinem 379
6. MoO_4'' jako MoO_3 benzoin-α-oximem 379
Rozpouštění vanadového materiálu 380

Stanovení vanadu:

1. VO_4''' jako V_2O_5, vzniklý žíháním vyloučeného Hg_3VO_4 381
2. VO_4''' o-hydroxychinolinem:
a) VO_4''' oxinem jako V_2O_5 381
b) VO_4''' jako $V_2O_3(C_9H_6NO)_4$ 382
3. VO_4''' jako V_2O_5 chinolinem 383
4. VO_4''' jako V_2O_5 dusičnanem strychninu 384
5. VO_4''' jako V_2O_5 brucinem 384
6. VO_4''' jako V_2O_5 cupferronem 385

* * *

III. skupina analytická.

Hliník. Chrom. Železo.

Principy stanovení 387
Jiné způsoby stanovení hliníku, chromu a železa, nespadající do vážkové makroanalysy 393

Popis stanovení železa, hliníku a chromu.

A. *Minerální sražedla:*

1. Fe···, Al··· nebo Cr··· amoniakem jako příslušný kysličník . . . 397
a) Postup srážení Fe··· amoniakem 400
b) Postup srážení Cr··· amoniakem 401
c) Postup redukce chromanu na Cr··· a srážení amoniakem . . 401
d) Postup srážení Al··· amoniakem 402
e) Postup srážení Fe··· a Al··· amoniakem v přítomnosti kationtu Ca··, (Sr··, Ba··) a Mg·· 403
f) Postup nepřímého stanovení železa a hliníku, srážených amoniakem jako směs hydroxydů 403
g) Postup diferenčního stanovení hliníku ve směsi Fe_2O_3 a Al_2O_3 po permanganometrickém určení železa 403
h) Fe···, Al··· nebo Cr··· amoniakem v přítomnosti aniontu PO_4''' a případně kationtů Ca··, Mg·· 404
Postup srážení Fe··· a Al··· amoniakem v přítomnosti kationtů Ca··, Mg·· a malého množství aniontu PO_4''' 404
Postup srážení Fe··· a Al··· amoniakem v přítomnosti Ca·· a Mg·· po předchozím odstranění většího množství aniontu PO_4''' . 406
ch) Dělení Fe··· od Al··· na mokré cestě hydroxydem sodným a jejich stanovení amoniakem v oddělených roztocích 407
i) Dělení Fe··· od Al··· na suché cestě tavením s NaOH a jejich stanovení amoniakem v oddělených roztocích 408

j) Dělení $Fe^{\cdots}$ od $Al^{\cdots}$ sirníkem amonným v komplexním vínanovém prostředí 409
k) Dělení $Fe^{\cdots}$ od $Al^{\cdots}$ guanidinem 410
2. $Al^{\cdots}$ ($Cr^{\cdots}$ nebo $Fe^{\cdots}$) jako terciární fosforečnan 410
a) Postup srážení malého množství $Al^{\cdots}$ jako $AlPO_4$ v přítomnosti dvojmocných kationtů: $Fe^{\cdot\cdot}$, $Mn^{\cdot\cdot}$, $Ca^{\cdot\cdot}$ a $Mg^{\cdot\cdot}$ 411
b) Postup srážení $Al^{\cdots}$ jako $AlPO_4$ při stanovení hliníku v oceli 412
3. $Cr^{\cdots}$ po oxydaci na CrO_4" dusičnanem rtuťným 412
Chrom v chromitu dusičnanem rtuťným 414
4. $Cr^{\cdots}$ po oxydaci na CrO_4" jako $BaCrO_4$ 415
Dělení $Cr^{\cdots}$ od $Al^{\cdots}$, $Fe^{\cdots}$, $Fe^{\cdot\cdot}$, ($Mn^{\cdot\cdot}$) na podkladě chromanového způsobu 416
5. $Al^{\cdots}$ uhličitanem hydrazinu jako Al_2O_3 418
a) $Al^{\cdots}$ uhličitanem hydrazinu v přítomnosti menšího množství železa 419
b) $Al^{\cdots}$ uhličitanem hydrazinu v přítomnosti $Mn^{\cdot\cdot}$, $Zn^{\cdot\cdot}$, $Ni^{\cdot\cdot}$, $Co^{\cdot\cdot}$, $Ca^{\cdot\cdot}$, $Mg^{\cdot\cdot}$ a kationtů V. analytické skupiny 420
6. $Fe^{\cdots}$, $Cr^{\cdots}$ nebo $Al^{\cdots}$ hydrolyticky 421
a) Postup hydrolytického vylučování $Al^{\cdots}$ nebo $Cr^{\cdots}$ za přídavku směsi jodičnanu a jodidu 421
b) Postup hydrolytického vylučování $Fe^{\cdots}$ za přídavku octanu sodného (nebo amonného), případně mravenčanu neb jantaranu sodného při dělení od kationtu $Mn^{\cdot\cdot}$ 422

Praktické příklady:
α) Rozbor ferromanganu 423
β) Rozbor manganové rudy 425
c) Postup hydrolytického vylučování $Fe^{\cdots}$, $Cr^{\cdots}$ nebo $Al^{\cdots}$ dusitanem 426
d) Postup hydrolytického vylučování $Al^{\cdots}$ nebo $Cr^{\cdots}$ sirnatanem 427
Dělení $Al^{\cdots}$ nebo $Cr^{\cdots}$ sirnatanem od $Fe^{\cdots}$ 427
e) Postup hydrolytického stanovení $Fe^{\cdots}$, $Al^{\cdots}$ nebo $Cr^{\cdots}$ (rovněž i $Ti^{\cdots\cdot}$, $Th^{\cdots\cdot}$, $Zr^{\cdots\cdot}$, $UO_2^{\cdot\cdot}$, $Be^{\cdot\cdot}$) uhličitanem barnatým v přítomnosti $Zn^{\cdot\cdot}$, $Ni^{\cdot\cdot}$, $Co^{\cdot\cdot}$, $Mn^{\cdot\cdot}$ a kationtů V. analytické skupiny 428
f) $Fe^{\cdots}$ nebo $Cr^{\cdots}$ hydrolyticky seleničitanem sodným 429
g) $Fe^{\cdots}$ hydrolyticky bílým precipitátem $HgNH_2Cl$ v přítomnosti $Mn^{\cdot\cdot}$ 430
h) $Fe^{\cdots}$, $Cr^{\cdots}$ nebo $Al^{\cdots}$ hydrolyticky taninem 430
ch) $Fe^{\cdots}$, $Al^{\cdots}$ nebo $Cr^{\cdots}$ hydrolyticky slabými zásadami 430
1. Postup hydrolytického stanovení $Fe^{\cdots}$ (neb $Al^{\cdots}$) pyridinem vedle $Mn^{\cdot\cdot}$ 430
2. Postup hydrolytického dělení $Fe^{\cdots}$, ($Cr^{\cdots}$, $Al^{\cdots}$) od $Mn^{\cdot\cdot}$ hydrazinhydrátem 431
3. Postup hydrolytického dělení $Cr^{\cdots}$, ($Al^{\cdots}$) od $Mn^{\cdot\cdot}$, ($Ni^{\cdot\cdot}$, $Co^{\cdot\cdot}$) anilinem 432
4. Postup hydrolytického dělení $Al^{\cdots}$ fenylhydrazinem od $Fe^{\cdots}$ 432

B. *Organická sražedla:*

1. $Fe^{\cdots}$ ($Fe^{\cdot\cdot}$) α-nitroso-β-naftolem jako Fe_2O_3 433
2. $Al^{\cdots}$ nebo $Fe^{\cdots}$ cupferronem jako Al_2O_3 nebo Fe_2O_3 434
3. $Fe^{\cdots}$ oxinem jako $Fe(C_9H_6NO)_3$ 437
4. $Al^{\cdots}$ oxinem jako $Al(C_9H_6NO)_3$ 438
Praktický příklad: Rozbor bauxitu 440

C. *Hliník, chrom a železo elektroanalyticky:*

1. Hliník při elektroanalyse 443
2. Chrom elektroanalyticky 444
3. Železo elektroanalyticky 445
   a) Stacionárně 446
   b) Rotačně 446

D. *Vytřepávání $FeCl_3$ při analyse železářských produktů* 447

Kobalt. Nikl.

Principy stanovení 451
Jiné způsoby stanovení niklu a kobaltu, nespadající do vážkové makroanalysy 455

Popis stanovení niklu a kobaltu.

A. *Minerální sraženia:*

1. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ hydroxydovým způsobem jako NiO nebo Co . . 457
   a) Postup srážení $Ni^{\cdot\cdot}$ roztokem NaOH 458
   b) Postup oxydačního srážení $Ni^{\cdot\cdot}$ roztokem NaOH 459
   c) Postup oxydačního srážení $Co^{\cdot\cdot}$ hydroxydem sodným 459
   d) Postup srážení $Co^{\cdot\cdot}$ kysličníkem rtuťnatým 459
2. $Ni^{\cdot\cdot}$ a $Co^{\cdot\cdot}$ sirníkovým způsobem 460
   a) Postup srážení $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ sirovodíkem v octanovém prostředí v přítomnosti $Mn^{\cdot\cdot}$ a kationtů IV. a V. analytické skupiny . 460
   b) Postup srážení $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ bílým sirníkem amonným v přítomnosti kationtů IV. a V. analytické skupiny 461
3. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ uhličitanem sodným 461
4. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ středním fosforečnanem amonným 462

B. *Organická sraženia:*

1. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ šťavelanem amonným 464
2. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem 464
3. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ o-aminobenzoanem sodným jako příslušný o-aminobenzoan 465
4. $Ni^{\cdot\cdot}$ nebo $Co^{\cdot\cdot}$ pyridinem a rhodanidem 466

C. *Kobalt nebo nikl elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytického stanovení niklu nebo kobaltu.

I. Srážení niklu z amoniakového prostředí:
   a) Stacionárně 469
   b) Rotačně 469
II. Srážení kobaltu z amoniakového prostředí:
   a) Stacionárně 469
   b) Rotačně 469
III. Srážení niklu z roztoku šťavelanu amonného i v přítomnosti $Cr^{\cdot\cdot\cdot}$, $Al^{\cdot\cdot\cdot}$ nebo $Mn^{\cdot\cdot}$ stacionárně 470

Popis způsobů dělení niklu od kobaltu.

A. *Minerální sraženia:*

1. Dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ v komplexním kyanidovém prostředí bromnanem 470
2. Dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ z kyanidového komplexu kysličníkem rtuťnatým 471

B. *Organická sraždla:*

1. Dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ síranem dicyandiamidinu 472
2. Dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ diacetyldioximem 474
   a) Postup stanovení a dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ v amoniakovém prostředí 476
   b) Postup stanovení a dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Zn^{\cdot\cdot}$, $Mn^{\cdot\cdot}$ a kationtů IV. a V. analytické skupiny 476
   c) Postup stanovení a dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Fe^{\cdot\cdot\cdot}$, $Al^{\cdot\cdot\cdot}$, $(Cr^{\cdot\cdot\cdot})$ v amoniakovém vínanovém prostředí 476
   d) Příklad stanovení a dělení niklu v měděných slitinách 477
3. Dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ oxalendiuramidoximem 478
4. Dělení $Ni^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ dibenzoylmethanem 479

Popis způsobů dělení kobaltu od niklu.

A. *Minerální sraždla:*

1. Dělení $Co^{\cdot\cdot}$ od $Ni^{\cdot\cdot}$ dusitanem draselným 480
2. Dělení $Co^{\cdot\cdot}$ od $Ni^{\cdot\cdot}$ vytřepáváním rhodanidu kobaltnato-amonného směsí etheru a amylalkoholu 481
   Příklad stanovení kobaltu v niklové oceli 481

B. *Organická sraždla:*

Dělení $Co^{\cdot\cdot}$ od $Ni^{\cdot\cdot}$ α-nitroso-β-naftolem 484
Příklady rozborů minerálů, obsahujících kobalt a nikl 485

Mangan. Zinek.

Principy stanovení 488
Jiné způsoby stanovení manganu a zinku, nespadající do vážkové makroanalysy 493

Popis stanovení manganu a zinku.

A. *Minerální sraždla:*

1. $Mn^{\cdot\cdot}$ jako Mn_3O_4 nebo $MnSO_4$ 495
2. $Zn^{\cdot\cdot}$ jako ZnO 497
3. $Mn^{\cdot\cdot}$ uhličitanem jako Mn_3O_4 498
4. $Zn^{\cdot\cdot}$ uhličitanem jako ZnO 500
5. $Mn^{\cdot\cdot}$ fosforečnanem jako pyrofosfát 501
6. $Zn^{\cdot\cdot}$ fosforečnanovým způsobem 502
7. $Mn^{\cdot\cdot}$ jako MnS (případně Mn_3O_4) 503
8. $Zn^{\cdot\cdot}$ jako ZnS (případně ZnO) 506
   a) Postup srážení ZnS ze síranového roztoku za dodatečného přídavku octanu sodného 507
   b) Postup srážení ZnS z chloridového roztoku v přítomnosti octanu 508
   c) Postup srážení ZnS z chlorovodíkového a komplexního rhodanidového prostředí 508
   d) Postup srážení ZnS v prostředí kyseliny chloroctové a octanu sodného 509
9. $Mn^{\cdot\cdot}$ rhodanidem v pyridinovém prostředí jako $Mn(C_5H_5N)_4\,[CNS]_2$ 510
10. $Zn^{\cdot\cdot}$ rhodanidem v pyridinovém prostředí jako $Zn(C_5H_5N)_2\,[CNS]_2$ 511
11. $Zn^{\cdot\cdot}$ rhodanidem rtuťnatým v prostředí zředěné kyseliny dusičné jako $HgZn(CNS)_4$ 511

B. *Organická sraželda:*

1. $Mn^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem 512
2. $Zn^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem 513
3. $Mn^{\cdot\cdot}$ jako o-aminobenzoan 514
4. $Zn^{\cdot\cdot}$ jako o-aminobenzoan 515
5. $Zn^{\cdot\cdot}$ jako chinaldinan 515

C. *Zinek a mangan elektroanalyticky:*

1. Zinek elektroanalyticky 516
   Popis elektroanalytických stanovení zinku:
   I. Srážení zinku z prostředí kyseliny sírové 518
   II. Srážení zinku z prostředí kyseliny octové:
      a) Stacionárně 518
      b) Rotačně 519
   III. Srážení zinku z komplexního amoniakového prostředí:
      a) Stacionárně 519
      b) Rotačně 519
   IV. Srážení zinku v roztoku NaOH:
      a) Stacionárně 520
      b) Rotačně 520
2. Mangan elektroanalyticky 520
   Popis eletroanalytického stanovení manganu 521
   a) Stacionárně 521
   b) Rotačně 521

D. *Praktické příklady rozboru látek, obsahujících zinek:*

1. Rozbor zinkové běloby 522
2. Rozbor Devardovy slitiny 524
3. Rozbor slitin: argentan (nové stříbro), nikelin, pakfong 525

Uran.

Principy stanovení 527
Jiné způsoby stanovení uranu, nespadající do vážkové makroanalysy 531

Popis stanovení uranu.

A. *Minerální sraželda:*

1. $UO_2^{\cdot\cdot}$ amoniakem jako U_3O_8 532
   Dělení kationtů III. a IV. analytické skupiny od $UO_2^{\cdot\cdot}$ . . . 533
2. $UO_2^{\cdot\cdot}$ sirníkem amonným jako UO_2S, vyžíhaný na U_3O_8 . . . 534

B. *Organická sraželda:*

1. $UO_2^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem jako $UO_2(C_9H_6NO)_2 . C_9H_7NO$ . . . 535
2. $UO_2^{\cdot\cdot}$ β-oximem isatinu jako U_3O_8 536
3. $U^{\cdot\cdot\cdot\cdot}$ cupferronem jako $U(C_6H_5N_2O_2)_4$, vyžíhaný na U_3O_8 . . . 536
   a) Stanovení uranu ve smolinci 537
      Permanganometrické přezkoušení obsahu uranu ve vyžíhané ssedlině U_3O_8 538
      Příprava čistého U_3O_8 539
      Redukce šestimocného uranu olovem podle Koblice 539
   b) Stanovení uranu ve ferrouranu 540
   c) Stanovení uranu v oceli 540

Beryllium.

Principy stanovení 541
Jiné způsoby stanovení beryllia, nespadající do vážkové makroanalysy 545

Popis stanovení beryllia.

1. Be·· amoniakem jako BeO (nebo $BeSO_4$) 546
2. Be·· hydrolytickými způsoby jako BeO:
   a) Hydrolysa uhličitanem barnatým 549
   b) Hydrolysa dusitanem amonným 549
   c) Hydrolysa jodičnanojodidovou směsí 550
3. Be·· kyselinou seleničitou jako BeO 551
4. Be·· uhličitanem hydrazinu jako BeO 552
5. Be·· taninem jako BeO 553
   a) Dělení Fe···, Al···, Cr···, Th····, Zr····, Ti····, Ga··· nebo VO_4''' od Be·· taninem v octanově octovém prostředí 555
   b) Dělení Ti····, TaO_4''', NbO_3' v neutrálním roztoku šťavelanu amonného taninem od Be·· 556
   c) Dělení Fe···, Zn··, Mn··, Ni··, Co·· sirníkem amonným od Be·· ve vínanovém prostředí 557
   d) Dělení Fe···, (Zr····, Ti····, NbO_3', TaO_4''', Cu··, Ga···, VO_4''') od Be·· cupferronem v prostředí kyseliny sírové a vinné 558
6. Be·· uhličitanem guanidinu v prostředí vínanovém i v přítomnosti Al···, Fe···, UO_2··, Th····, Zr····, Tl·, Cu··, As···, Sb···, CrO_4'', MoO_4'', WO_4'' 558
7. Be·· fosforečnanem amonným jako $Be_2P_2O_7$ 560

Prvky vzácných zemin.

Principy stanovení 562

Příklady stanovení:

1. Stanovení vzácných zemin v minerálech, rozložitelných kyselinou solnou, t. j. v ceritu, orthitu, gadolinitu 569
2. Stanovení malého obsahu vzácných zemin v horninách, rozložitelných kyselinou solnou 572
3. Stanovení malého obsahu vzácných zemin v horninách, nerozložitelných kyselinou solnou 573
4. Stanovení vzácných zemin v uranových minerálech 574
5. Dělení ceritových zemin od yttriových 575

Cer. Thorium.

Principy stanovení 576
Jiné způsoby stanovení thoria a ceru, nespadající do vážkové makroanalysy 579

Popis stanovení thoria a ceru.

A. *Minerální sraženiny:*

1. Th···· nebo Ce··· (i Ce····) amoniakem 580
2. Dělení Ce··· (i kationtů ostatních vzácných zemin) od Th···· uhličitanem amonným nebo alkalickým 581

3. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$, $Ce^{\cdots}$ (i ostatních kationtů vzácných zemin) od $Ti^{\cdots\cdot}$ nebo $Zr^{\cdots\cdot}$ kyselinou fluorovodíkovou 582
4. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i ostatních kationtů vzácných zemin) peroxydem vodíku v dusičnanovém prostředí 582
5. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i ostatních kationtů vzácných zemin) fosforičitanem sodným 583
6. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i kationtů ostatních vzácných zemin) pyrofosforečnanem sodným 584
7. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i kationtů ostatních vzácných zemin) jodičnanem draselným 584
Příklad stanovení thoria jodičnanem v monazitovém písku . . . 585
8. Hydrolytické dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i kationtů ostatních vzácných zemin) 586
9. Dělení $Ce^{\cdots}$ od kationtů ostatních vzácných zemin a od $Th^{\cdots\cdot}$ 587

B. *Organická sraželda:*

1. $Th^{\cdots\cdot}$ nebo $Ce^{\cdots}$ (a podobně i kationty ostatních vzácných zemin) kyselinou šťavelovou 588
Příklady stanovení:
a) Cer ve slitině hořčíku a hliníku 588
b) Cer v ceritu nebo v monazitovém písku 589
2. Dělení $Ce^{\cdots}$ (i kationtů ostatních vzácných zemin) od $Th^{\cdots\cdot}$ šťavelanem amonným 590
3. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (a většiny kationtů ceritových zemin) kyselinou fumarovou 591
Příklad stanovení thoria kyselinou fumarovou v monazitovém písku 591
4. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i kationtů ostatních vzácných zemin anebo $Zr^{\cdots\cdot}$) kyselinou sebacinovou 592
5. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ce^{\cdots}$ (i kationtů ostatních ceritových zemin) kyselinou m-nitrobenzoovou 593
6. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od kationtů $Ce^{\cdots}$ i ostatních vzácných zemin kyselinou fenylarsinovou 594
Příklad stanovení thoria kyselinou fenylarsinovou v monazitovém písku 594
7. $Th^{\cdots\cdot}$ cupferronem jako ThO_2 595
8. $Th^{\cdots\cdot}$ o-hydroxychinolinem jako $Th(C_9H_6ON)_4$ neb ThO_2 595
9. Dělení $Th^{\cdots\cdot}$ od $Ti^{\cdots\cdot}$ hydrolyticky salicylanem amonným . . . 596

Titan. Zirkon. Hafnium.

Principy stanovení 597
Jiné způsoby stanovení titanu a zirkonu, nespadající do vážkové makroanalysy 602

Popis stanovení titanu a zirkonu.

A. *Minerální sraželda:*

1. $Ti^{\cdots\cdot}$ nebo $Zr^{\cdots\cdot}$ amoniakem 604
2. $Ti^{\cdots\cdot}$ nebo $Zr^{\cdots\cdot}$ fosforečnanem v kyselém prostředí 605
a) Postup dělení $Ti^{\cdots\cdot}$ od $Al^{\cdots}$ (a malého množství $Fe^{\cdots}$) fosforečnanem v prostředí HCl 606
b) Postup dělení $Ti^{\cdots\cdot}$ od $Al^{\cdots}$ a $Fe^{\cdots}$ fosforečnanem v prostředí zředěné kyseliny solné a vinné 606

c) Postup při dělení Zr^{IV} od Ti^{IV} fosforečnanem v prostředí zředěné kyseliny sírové a peroxydu vodíku 607
3. Ti^{IV} kyselinou seleničitou 607
4. Zr^{IV} kyselinou seleničitou 609
5. Ti^{IV} nebo Zr^{IV} jodičnanem draselným 609

B. *Organická sražedla:*

1. Ti^{IV} v přítomnosti Al^{III} a jiných iontů uhličitanem guanidinu ve vínanovém komplexním prostředí 610
2. Ti^{IV} nebo Zr^{IV} cupferronem 611
3. Dělení Zr^{IV} od Ti^{IV} hydrolyticky salicylanem amonným 613
4. Ti^{IV} nebo Zr^{IV} o-hydroxychinolinem 614
5. Zr^{IV} nebo Hf^{IV} v kyselém prostředí kyselinou fenylarsinovou . 616
Příklad stanovení zirkonu fenylarsinovou kyselinou ve slitině . . 618

Niob. Tantal.

Principy stanovení 618
Jiné způsoby stanovení niobu, nespadající do vážkové makroanalysy . 622

Popis stanovení niobu a tantalu.

A. *Minerální sražedla:*

1. Niobičnan nebo tantaličnan amoniakem 622
2. Niobičnan nebo tantaličnan hydrolyticky kysličníkem siřičitým . 623
3. Dělení tantaličnanu od niobičnanu hydrolyticky kysličníkem uhličitým 623
4. Dělení tantaličnanu od niobičnanu jako fluorodraselné soli . . . 624

B. *Organická sražedla:*

1. Niobičnan nebo tantaličnan cupferronem 626
2. Niobičnan nebo tantaličnan taninem ve šťavelanovém komplexotvorném prostředí 627
3. Dělení niobičnanu nebo tantaličnanu od Ti^{IV} kyselinou salicylovou 628
4. Niobičnan nebo tantaličnan o-hydroxychinolinem 629

Gallium. Indium. Thallium.

Principy stanovení 629
Jiné způsoby stanovení gallia, india a thallia, nespadající do vážkové makroanalysy 636

Popis stanovení gallia.

A. *Minerální sražedla:*

1. Ga^{III} amoniakem 638
2. Ga^{III} hydrolyticky siřičitanem 639
3. Ga^{III} ferrokyanidem 640

B. *Organická sražedla:*

1. Ga^{III} anilinem 642
2. Ga^{III} fenylhydrazinem 643
3. Ga^{III} močovinou 644

3. $Pb^{\cdot\cdot}$ jako $C_6H_4 . CH \begin{smallmatrix} O \\ NO \end{smallmatrix} Pb$ 58
4. $Pb^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem (oxinem) jako $Pb(C_9H_6NO)_2$ 58
5. $Pb^{\cdot\cdot}$ (i v přítomnosti $Ag^{\cdot}$) amoniakovým roztokem šťavelanu jako PbC_2O_4 59

Rtuť.

Principy stanovení 60
Jiné způsoby stanovení rtuti, nespadající do vážkové makroanalysy . 64

Popis stanovení.

A. *Minerální sražedla:*

1. $Hg_2^{\cdot\cdot}$ neb $Hg^{\cdot\cdot}$ po redukci jako Hg_2Cl_2 65
2. $Hg^{\cdot\cdot}$ jako HgS 67
   a) Srážení $Hg^{\cdot\cdot}$ sirovodíkem v prostředí zředěné HCl 67
   b) Srážení $Hg^{\cdot\cdot}$ sirníkem amonným 68
   c) Srážení $Hg^{\cdot\cdot}$ v prostředí amoniakového chloridu amonného sirovodíkem 69
   d) Srážení $Hg^{\cdot\cdot}$ sirovodíkem ve slabě alkalickém kyanido-octanovém prostředí 70
   Praktické příklady využití sirníkové methody při stanovení rtuti v sulfidické rudě a v organické látce 70
3. Stanovení rtuti jako kov. 73
   a) Rtuť jako kov po redukci na mokré cestě:
      1. Redukce kyselinou fosfornou v kyselém prostředí 73
      2. Redukce formaldehydem v zásaditém prostředí 74
   b) Rtuť destilační methodou na suché cestě:
      1. Destilace rtuti za přísady CaO 74
      2. Destilace rtuti v rudě za přísady práškového železa . . . 75
      3. Destilace rtuti v rumělce v proudu kyslíku 75
      4. Destilace rtuti v rumělce (bohatší rtutí) za přísady $PbCrO_4$ 76
      5. Destilace rtuti v rudě chudé na rtuť 78
      6. Destilace rtuti kapkovou mikromethodou podle Stocka . . 79

B. *Rtuť elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytických stanovení rtuti.

I. Srážení rtuti z prostředí kyseliny dusičné:
   a) Stacionárně 82
   b) Rotačně 83
   c) Dělení: 1. $Hg^{\cdot\cdot}$ od $Cu^{\cdot\cdot}$, $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$, $Cd^{\cdot\cdot}$ 83
   2. $Hg^{\cdot\cdot}$ od AsO_4'''. 83
II. Srážení rtuti z prostředí kyseliny šťavelové 84
III. Srážení rtuti z prostředí kyseliny sírové:
   a) Stacionárně 84
   b) Rotačně 84
IV. Srážení rtuti z amoniakového komplexu:
   a) Stacionárně 84
   b) Rotačně 85

4. $Ga^{\cdots}$ taninem 644
5. $Ga^{\cdots}$ cupferronem 645
6. $Ga^{\cdots}$ kyselinou kafrovou 646
7. $Ga^{\cdots}$ o-hydroxychinolinem 648

C. *Vytřepávání $GaCl_3$ etherem* 649

D. *$Ga^{\cdots}$ elektroanalyticky* 651

Popis stanovení india.

A. *Minerální sraždla:*

1. $In^{\cdots}$ amoniakem 652
2. $In^{\cdots}$ hydrolyticky kyanatanem draselným: 653
a) Dělení $In^{\cdots}$ od CrO_4" 654
b) Dělení $In^{\cdots}$ od $Zn^{\cdot\cdot}$ 654
c) Dělení $In^{\cdots}$ od $Ni^{\cdot\cdot}$ 655
d) Dělení $In^{\cdots}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ 655
3. $In^{\cdots}$ hydrolyticky dusitanem amonným 655
4. $In^{\cdots}$ hydrolyticky směsí jodičnanu a jodidu draselného 655
5. $In^{\cdots}$ hydrolyticky uhličitanem sodným i v přítomnosti $Ga^{\cdots}$ . . 656
6. $In^{\cdots}$ sirovodíkem: 657
a) Postup srážení $In^{\cdots}$ sirovodíkem a dělení od $Mn^{\cdot\cdot}$ 658
b) Postup srážení $In^{\cdots}$ sirovodíkem a dělení od $Al^{\cdots}$ 658
c) Postup srážení $In^{\cdots}$ sirovodíkem a dělení od $Fe^{\cdots}$ 659
d) Postup srážení $In^{\cdots}$ sirovodíkem v hutnických produktech . . 659
7. $In^{\cdots}$ fosforečnanem jako $InPO_4$ 660
8. $In^{\cdots}$ kobaltihexaminchloridem jako $InCo(NH_3)_6Cl_6$ 660

B. *Organická sraždla:*

1. $In^{\cdots}$ o-hydroxychinolinem jako $In(C_9H_6ON)_3$ 661
2. $In^{\cdots}$ diethyldithiokarbaminanem sodným jako $In[SCSN(C_2H_5)_2]_3$. 662

C. *Vytřepávání $InBr_3$ etherem* 663

D. *Indium elektroanalyticky* 664

Popis stanovení thallia.

A. *Minerální sraždla:*

1. $Tl^{\cdot}$ chromanem jako Tl_2CrO_4 665
2. $Tl^{\cdot}$ jodidem jako TlJ 670
3. $Tl^{\cdots}$ hydroxydem draselným jako Tl_2O_3 672

B. *Organická sraždla:*

1. $Tl^{\cdot}$ merkaptobenzthiazolem jako $C_7H_4NS_2Tl$ 673
2. $Tl^{\cdot}$ naftalidem kyseliny thioglykolové jako $C_{10}H_7NH \cdot CO \cdot CH_2 \cdot STl$ 674
3. $Tl^{\cdot}$ nebo $Tl^{\cdots}$ thiomočovinou v prostředí kyseliny dusičné nebo chloristé 677

C. *Vytřepávání $TlCl_3$ nebo $TlBr_3$ etherem:*
Vytřepávání malého množství $Tl^{\cdot}$ chloroformovým neb tetrachlormethanovým roztokem difenylthiokarbazonu (dithizonu) 680

D. *Thallium elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytických stanovení thallia:

I. Srážení thallia na Woodově kathodě 681

II. Srážení thallia jako Tl_2O_3 na platinové anodě 682

III. Srážení thallia jako $Tl_2O_3 . HF$ na platinové anodě 683

* * *

Seznam vyobrazení 684

Seznam tabulek, zařazených v textu 684

Analytické faktory a jejich logaritmy. (Doplňky.) 685

Rejstřík věcný 709

UNIVERSITNÍ KNIHOVNA V BRNĚ

c) Dělení: 1. $Hg^{\cdot\cdot}$ od AsO_4''' 85
2. $Hg^{\cdot\cdot}$ od WO_4'' nebo MoO_4'' 85
3. $Hg^{\cdot\cdot}$ od $Sn^{\cdot\cdot\cdot\cdot}$ nebo $Sb^{\cdot\cdot\cdot\cdot\cdot}$ 85
V. Srážení rtuti ze siroalkalického komplexu:
a) Stacionárně 86
b) Rotačně 86

C. *Organická sraždla:*
1. $Hg^{\cdot\cdot}$ kupraënnitrátem 86
2. $Hg^{\cdot\cdot}$ anthranilanem sodným 87
3. $Hg_2^{\cdot\cdot}$ cupferronem 88

Měď.

Principy stanovení 89
Jiné způsoby stanovení mědi, nespadající do vážkové makroanalysy . 94

Popis stanovení.

A. *Minerální sraždla:*
1. $Cu^{\cdot\cdot}$ jako CuO 96
2. Měď z vínanového komplexu, srážena jako Cu_2O a vážena jako CuO nebo Cu 98
a) Měď hydroxylaminem i v přítomnosti vizmutu 99
b) Měď glukosou v komposicích 100
c) Redukující cukry jako Cu nebo CuO Fehlingovým roztokem . 101
3. $Cu^{\cdot\cdot}$ jako Cu_2S 103
Užití sirníkové methody k dělení $Cu^{\cdot\cdot}$ od $Cd^{\cdot\cdot}$ 108
4. $Cu^{\cdot\cdot}$ jako CuCNS podle Rivota 109
5. $Cu^{\cdot\cdot}$ jako CuJ 110
6. $Cu^{\cdot\cdot}$ jako kov 111
a) Redukce chemickými činidly:
I. Redukce fosfornanem v kyselém prostředí 112
II. Redukce síranem hydrazinu v alkalickém prostředí . . 112
b) Elektroanalytické stanovení $Cu^{\cdot\cdot}$ 113
Popis elektroanalytických stanovení mědi 117
I. Srážení mědi z prostředí zředěné kyseliny dusičné:
a) Stacionárně 117
b) Rotačně 118
c) Dělení: stacionárně i rotačně 118
II. Srážení mědi z prostředí kyseliny dusičné a vinné . . . 119
III. Srážení mědi z prostředí zředěné kyseliny sírové:
a) Stacionárně 120
b) Rotačně 120
c) Dělení: stacionárně i rotačně 120
IV. Srážení mědi z amoniakového komplexního prostředí:
a) Stacionárně 121
b) Rotačně 121
c) Dělení: 1. mědi od antimonu 121
2. mědi od wolframanu nebo fosforečnanu . 121
3. mědi od palladia a platiny 121
V. Srážení z komplexního kyanidového prostředí 122
Poměďování platinové elektrody 122

B. *Organická sraženia:*

1. $Cu^{\cdot\cdot}$ cupferronem jako CuO 122
2. $Cu^{\cdot\cdot}$ salicylaldoximem jako $Cu(C_7H_6O_2N)_2$ 124
3. $Cu^{\cdot\cdot}$ v pyridinovém prostředí sulfokyanatanem amonným jako $Cu(C_5H_5N)_2(CNS)_2$ 125
4. $Cu^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem jako $Cu(C_9H_6NO)_2$ 126
   a) Postup srážení $Cu^{\cdot\cdot}$ oxinem v prostředí octanově octovém . . 128
      Dělení $Cu^{\cdot\cdot}$ od $Cd^{\cdot\cdot}$ 129
      Dělení $Cu^{\cdot\cdot}$ od $Mg^{\cdot\cdot}$ 129
   b) Postup srážení $Cu^{\cdot\cdot}$ oxinem v prostředí zásaditě vínanovém . 129
      Dělení $Cu^{\cdot\cdot}$ od AsO_4''', SbO_4''', SnO_3'', $Fe^{\cdot\cdot\cdot}$ nebo $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ . . . 130
5. $Cu^{\cdot\cdot}$ 5,7-dibrom-o-hydroxychinolinem jako $Cu(C_9H_4Br_2NO)_2$ . . . 130
6. $Cu^{\cdot\cdot}$ o-aminobenzoanem sodným jako $Cu(CO_2 . C_6H_4 . NH_2)_2$ . . 131
7. $Cu^{\cdot\cdot}$ chinaldinanem sodným jako $Cu(C_{10}H_6O_2N)_2 . H_2O$ 132
   Dělení $Cu^{\cdot\cdot}$ od $Cd^{\cdot\cdot}$, $As^{\cdot\cdot\cdot}$, $As^{\cdot\cdot\cdot\cdot\cdot}$, $Zn^{\cdot\cdot}$, $Ni^{\cdot\cdot}$, $Co^{\cdot\cdot}$, $Mn^{\cdot\cdot}$, PO_4''' . 134

Kadmium.

Principy stanovení 134
Jiné způsoby stanovení kadmia, nespadající do vážkové makroanalysy 138

Popis stanovení.

A. *Minerální sraženia:*

1. $Cd^{\cdot\cdot}$ jako CdO 138
2. $Cd^{\cdot\cdot}$ jako $CdNH_4PO_4 . H_2O$ nebo $Cd_2P_2O_7$ 140
3. $Cd^{\cdot\cdot}$ jako $Cd(N_2H_4)_2J_2$ 141
   Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ 142
4. $Cd^{\cdot\cdot}$ jako CdS, sloužící jen k oddělování 143
   a) Postup srážení $Cd^{\cdot\cdot}$ sirovodíkem v přítomnosti kationtů III., IV. a V. analytické skupiny 143
   b) Postup srážení $Cd^{\cdot\cdot}$ sirníkem sodným v přítomnosti kationtů II. analytické skupiny 144
   c) Postup dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od $Cu^{\cdot\cdot}$ sirovodíkem v kyanidovém prostředí 145
      Rozbor měděného elektrického vodiče s malým obsahem kadmia 145
   d) Postup stanovení $Cd^{\cdot\cdot}$ v přítomnosti kationtů $Pb^{\cdot\cdot}$, $Ag^{\cdot}$, $Hg^{\cdot\cdot}$, $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ 145

B. *Organická sraženia:*

1. $Cd^{\cdot\cdot}$ kupraënnitrátem jako $(CdJ_4)(Cu\ en_2)$ 146
2. $Cd^{\cdot\cdot}$ sulfokyanatanem a pyridinem jako $Cd(C_5H_5N)_2(CNS)_2$ . . . 147
3. $Cd^{\cdot\cdot}$ o-hydroxychinolinem jako $Cd(C_9H_6ON)_2$ 148
   a) Postup srážení v octanově octovém prostředí 149
      Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od $Mg^{\cdot\cdot}$ 149
      Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od $Hg^{\cdot\cdot}$ 149
   b) Postup srážení $Cd^{\cdot\cdot}$ v zásaditě vínanovém prostředí 150
      Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ oxinem od $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$, $As^{\cdot\cdot\cdot\cdot\cdot}$, $Sb^{\cdot\cdot\cdot\cdot\cdot}$, $Sn^{\cdot\cdot\cdot\cdot}$, $Al^{\cdot\cdot\cdot}$ nebo $Fe^{\cdot\cdot\cdot}$ 150
4. $Cd^{\cdot\cdot}$ chinaldinanem sodným jako $Cd(C_{10}H_5O_2N)$ 150

C. *Kadmium elektroanalyticky* 151

Popis elektroanalytických stanovení kadmia.

I. Srážení kadmia z prostředí kyseliny sírové:
   a) Stacionárně 152

b) Rotačně 153
c) Dělení: stacionárně i rotačně 153

II. Srážení kadmia z prostředí octanového:
a) Rotačně 153
b) Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od $Zn^{\cdot\cdot}$ rotačně 153

III. Srážení kadmia z prostředí šťavelanového:
a) Stacionárně 154
b) Dělení malých množství $Cd^{\cdot\cdot}$ od velkého množství $Zn^{\cdot\cdot}$ stacionárně 154

IV. Srážení kadmia v komplexním alkalickokyanidovém prostředí:
a) Stacionárně 154
b) Rotačně 155
c) Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od $Co^{\cdot\cdot}$ rotačně 155

V. Srážení kadmia v amoniakovém komplexním prostředí:
a) Rotačně 155
b) Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od AsO_4''' rotačně 156
c) Dělení $Cd^{\cdot\cdot}$ od WO_4'' rotačně 156

Vizmut.

Principy stanovení 156
Jiné způsoby stanovení vizmutu, nespadající do vážkové makroanalysy 162

Popis stanovení.

A. *Minerální sraženiny:*

1. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako Bi_2O_3 uhličitanem amonným 163
Dělení $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ od $Ag^{\cdot}$, $Hg^{\cdot\cdot}$, $Cu^{\cdot\cdot}$, $Cd^{\cdot\cdot}$ uhličitanem amonným . . 164
2. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako Bi_2O_3 hydrolysou dusičnanového roztoku 165
Užití hydrolytického způsobu stanovení vizmutu v Roseově nebo Woodově kovu 166
3. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako Bi_2O_3 hydrolysou roztokem mravenčanu sodného . . . 168
4. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ hydrolyticky jako BiOCl 169
a) Postup, při němž se váží hydrolytický produkt BiOCl . . . 170
b) Postup k převedení BiOCl na Bi_2O_3 170
c) Postup k převedení BiOCl na $BiPO_4$ 171
d) Postup k převedení BiOCl na Bi_2S_3 171
e) Postup při redukci BiOCl tavením s KCN nebo NaH_2PO_2 . . . 171
f) Postup při redukci BiOCl na kovový vizmut zahříváním s koncentrovaným hydrazinhydrátem 172
5. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako Bi_2S_3 173
6. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako $BiPO_4$ 174
a) Postup srážení $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ v neutrálním prostředí 175
b) Postup srážení $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ v prostředí 0,5 n HNO_3 176
7. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako $Bi_2(SeO_3)_3$ 176
a) Postup srážení $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$, je-li olova pod 20% 178
b) Postup srážení $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$, je-li olova nad 20% 178
8. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako $BiCr(CNS)_6$ 178
9. $Bi^{\cdot\cdot\cdot}$ jako $(BiO)_2Cr_2O_7$ 179

B. *Organická sraženia:*

1. $Bi^{\cdots}$ o-hydroxychinolinem jako $Bi(C_9H_6ON)_3 . H_2O$, případně jako $Bi(C_9H_6ON)_3$ 180
2. $Bi^{\cdots}$ pyrogallolem jako $BiO_3C_6H_3$ 181
3. $Bi^{\cdots}$ jako $[Co\ en_2(CNS)_2] . [BiJ_4]$ 182

C. *Redukční sraženia:*

a) Redukční činidla na mokré cestě:

1. $Bi^{\cdots}$ formaldehydem v zásaditém prostředí 183
2. $Bi^{\cdots}$ kyselinou fosfornou v prostředí HCl 184

b) Redukční činidla na suché cestě 185
c) Elektrolytická redukce 185

Popis elektroanalytických stanovení vizmutu:

I. Srážení vizmutu z prostředí zředěných kyselin HNO_3 a H_2SO_4:
   a) Stacionárně 186
   b) Rotačně 186
   c) Dělení 187

II. Srážení vizmutu z prostředí kyselin dusičné a vinné . 187

III. Srážení vizmutu z prostředí kyseliny octové 187

IV. Srážení vizmutu z prostředí kyselin fluorovodíkové a boritého za přídavku sacharosy 188

V. Srážení vizmutu z prostředí kyselin solné a boritého za přídavku citranu draselného 188

* * *

II. skupina analytická:

Arsen.

Principy stanovení 189
Jiné způsoby stanovení arsenu, nespadající do vážkové makroanalysy . 194

Popis stanovení.

A. *Minerální sraženia:*

1. $As^{\cdots}$ jako As_2S_3 194
2. $As^{\cdots\cdots}$ jako As_2S_5 196
3. $AsO_4^{'''}$ jako $Mg_2As_2O_7$ 197
4. $AsO_4^{'''}$ jako Ag_3AsO_4 (případně jako AgCl) 199

B. *Elektroredukce* 200

C. *Destilace:*

1. Destilační dělení arsenu jako $AsCl_3$ od trojmocného antimonu . 203
2. Destilační dělení $As^{\cdots}$ jako $AsCl_3$ od $Sb^{\cdots}$ a $Sn^{\cdots\cdot}$ 207

D. *Arsen v organických sloučeninách, na př. i v bojových látkách:*
Bojové látky, obsahující arsen 215

Antimon.

Principy stanovení 216
Jiné způsoby stanovení antimonu, nespadající do vážkové makroanalysy 220

Popis stanovení.

A. *Minerální sražedla:*

1. $Sb^{\cdots}$ nebo $Sb^{\cdots\cdot}$ jako Sb_2S_3 220
a) Postup srážení červené modifikace Sb_2S_3 z prostředí 2 až 3 n HCl 221
b) Postup srážení černé modifikace Sb_2S_3 z prostředí 2,5 n HCl 222
c) Postup srážení červené modifikace Sb_2S_5 okyselením siroalkalického roztoku 223
d) Postup dělení $Sb^{\cdots\cdot}$ od $Sn^{\cdots\cdot}$ sirovodíkem z vínanového komplexu, okyseleného kyselinou šťavelovou 223
e) Destilační dělení $Sb^{\cdots}$ od $Sn^{\cdots\cdot}$ 225

B. *Organická sražedla:*

$Sb^{\cdots}$ pyrogallolem 225

C. *Antimon elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytických stanovení antimonu.

I. Srážení antimonu ze siroalkalického prostředí:
a) Stacionárně 228
b) Rotačně 228
c) Dělení antimonu od cínu stacionárně 229
II. Srážení antimonu z vínanového nebo citranového prostředí:
a) Rotačně ve slabě kyselém roztoku 230
b) Rotačně ve slabě alkalickém roztoku 230
c) Stacionárně ve slabě alkalickém roztoku 231

Cín.

Principy stanovení 231
Jiné způsoby stanovení cínu, nespadající do vážkové makroanalysy . . 236

Popis stanovení.

A. *Minerální sražedla:*

1. $Sn^{\cdots\cdot}$ amoniakem jako SnO_2 237
2. $Sn^{\cdots\cdot}$, případně $Sn^{\cdot\cdot}$ jako sirník, vyžíhaný na SnO_2 239
a) Postup srážení cínu sirovodíkem v kyselém prostředí 240
b) Postup srážení SnS_2 okyselováním siroalkalického roztoku . . 241
c) Postup srážení SnS po předchozí redukci sloučenin antimonu kovovým železem 241
d) Praktické použití sirníkové methody k stanovení cínu v rudě cínovci 242
e) Použití siroalkalického tavení při rozboru slitin cínu 244
Praktické příklady rozboru slitin:
α) Pájka bohatší cínem (15%) 246
β) Bílý kov 247
γ) Technický cín. Stanovení nečistot 248
3. Cín jako β-číničitá kyselina, vyžíhaná na SnO_2 249
Vylučování cínu jako kyselina β-číničitá při rozboru slitin:
a) Rozbor mosazi nebo tombaku 251

b) Rozbor bronzu 254
4. Cín jako stannifosfát, převedený na SnO_2 257
Příklady přímého stanovení cínu ve slitinách fosforečnanovým způsobem:
a) v bronzu 258
b) v komposicích 259
5. Cín destilačním způsobem 262

B. *Organická sražedla:*

1. Sn$^{\cdots\cdot}$ cupferronem jako SnO_2 262
2. Sn$^{\cdots\cdot}$ fenylarsinovou kyselinou jako SnO_2 262

C. *Cín elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytických stanovení cínu.

I. Srážení cínu z prostředí kyseliny šťavelové a její amonné soli stacionárním způsobem 265
II. Srážení cínu z prostředí šťavelanu draselného a hydroxydu draselného stacionárním způsobem 266
III. Srážení cínu ze siroalkalického prostředí rotačním způsobem:
a) z roztoku sirníku amonného 267
b) z roztoku sirníku sodného 267
IV. Srážení cínu rotačně z komplexního alkalicko-vínanového a fosforečnanového prostředí 268
Dělení cínu od WO_4" 268
Stanovení cínu v pájce 269

Germanium.

Principy stanovení. 269

Popis stanovení.

Ge$^{\cdots\cdot}$ jako GeS_2, vyžíhaný na GeO_2 271

Selen, Tellur.

Principy stanovení 272
Jiné způsoby stanovení selenu a telluru, nespadající do vážkové makroanalysy 277

Popis stanovení.

1. Se$^{\cdots\cdot}$, případně Te$^{\cdots\cdot}$ kysličníkem siřičitým jako element 278
a) Postup redukčního srážení v přítomnosti sloučenin antimonu, cínu nebo arsenu 279
b) Postup redukčního srážení Se$^{\cdots\cdot}$ acetonovým roztokem kysličníku siřičitého 279
2. Se$^{\cdots\cdot}$ nebo SeO_4" síranem hydrazinu jako element 280
3. Čtyřmocný nebo šestimocný selen i tellur chloridem hydrazinu a kysličníkem siřičitým jako příslušný element 280
4. Te$^{\cdots\cdot}$ nebo TeO_4" v amoniakovém roztoku thiosemikarbazidem jako element 281
a) Postup redukčního srážení telluranu thiosemikarbazidem . . . 282
b) Postup dělení Te$^{\cdots\cdot}$ (nebo TeO_4") od antimonu thiosemikarbazidem 283
5. Te$^{\cdots\cdot}$ hydrolyticky pyridinem jako TeO_2 283
6. Dělení Se$^{\cdots\cdot}$ od Te$^{\cdots\cdot}$ kysličníkem siřičitým v prostředí kyseliny solné 284
7. Dělení Se$^{\cdots\cdot}$ od Te$^{\cdots\cdot}$ destilací jako $SeOCl_2$ 285

8. Selen nebo tellur elektrolytickou redukcí 286
Popis elektroanalytických stanovení selenu a telluru.
I. Srážení selenu z prostředí vínanu sodného rotačně 286
II. Srážení telluru z prostředí vínanu amonného a kyseliny malonové rotačně 287

Zlato.

Principy stanovení 287
Jiné způsoby stanovení zlata, nespadající do vážkové makroanalysy . . 291

Popis stanovení.

A. *Redukční činidla:*

1. Au··· chloridem železnatým jako kov 292
2. Au··· kyselinou šťavelovou jako kov 294
3. Au··· hydrochinonem jako kov 295
4. Au··· peroxydem vodíku nebo formaldehydem v alkalickém prostředí jako element 295
Příklady stanovení zlata ve slitinách redukčními způsoby:
a) Zlato ve slitině, obsahující Ag, (Pb, Bi), Cu, Cd, (Fe), Ni, Zn, s ohledem na stanovení všech komponent 296
b) Zlato ve slitině podle Chiddyho 298
c) Zlato ve slitině, v níž převládají příměsi: Ag, Cu, Cd, Sn 299

B. *Zlato elektroanalyticky:*

Popis elektroanalytických stanovení zlata.
I. Srážení zlata z octově octanového prostředí:
a) Stacionárně 301
b) Rotačně 301
II. Srážení zlata z komplexního kyanidového prostředí:
a) Stacionárně 302
b) Rotačně 302

Platinové kovy.

Principy stanovení 302
Jiné způsoby stanovení platinových kovů, nespadající do vážkové makroanalysy 309

Popis stanovení jednotlivých platinových kovů.

Stanovení ruthenia:

1. RuO_4'' jako RuO_4 destilačně po oxydaci chlorem 310
2. RuO_4'' jako RuO_4 destilačně po oxydaci bromičnou kyselinou . 311
3. RuO_4'' po redukci zinkem jako kov 312

Stanovení osmia:

1. Os jako OsO_4 destilačně v proudu chloru 312
2. Os destilačně jako OsO_4 z prostředí kyseliny dusičné 313

Stanovení iridia:

1. Ir···· jako K_2IrCl_6 314
2. Ir··· hydrolyticky kyselým uhličitanem sodným 315

Stanovení rhodia:

1. Rh··· v isolovaném $K_3Rh(NO_2)_6$ jako kov 316