6597

Obsah

I. Základy praktické polarografie 11

1. Principy polarografie 11
2. Kapková elektroda 13
3. Základní měření v jednoduchém uspořádání; polarografická křivka 16
4. Srovnávací elektrody 18
5. Polarografické nádobky 22
6. Základní (indiferentní) elektrolyt 27
7. Odstraňování kyslíku z roztoku 29
8. Ochrana před otravou rtutí 30

II. Polarografické křivky a jejich význam 32

1. Typy dějů na kapkové elektrodě 32
   a) Redukce, oxydace, reversibilita 32
   b) Tvorba solí se rtutí, katalysa 34
2. Druhy polarografických proudů 34
   a) Difusní proudy 35
   b) Kinetické proudy 37
   c) Adsorpční proudy 37
   d) Regenerační katalytické proudy 38
   e) Katalytické proudy 38
   f) Jiné proudy 38
      A. Kapacitní čili kondensátorový proud 39
      B. Migrační proud 39
      C. Maxima 39
3. Měření limitních proudů 40
4. Význam a měření půlvlnových potenciálů 41

III. Použití přístrojů 42

1. Polarografy a pomocné elektrické přístroje 42
   a) Polarografy s fotografickou registrací 42
      A. Polarografy s oddělenými částmi 46
      B. Polarografy sestávající ze dvou částí 49
      C. Polarografy umístěné v jediné skříni 52
   b) Přístroje s ručním záznamem 53
   c) Zapisující polarografy 54
   d) Porovnání typů polarografů 58

e) Doplňkové obvody 58
A. Rozsahy vkládaného napětí 58
B. Kompensace nabíjecího proudu 61
C. Derivační zapojení 62
2. Zacházení s polarografy s fotografickou registrací 63
3. Zacházení s polarografy se zapisovači 68
4. Zkoušení aparatury 69
5. Poruchy a jejich odstranění 73

IV. Jednoduchá polarografická stanovení 79

A. Stanovení za přístupu vzduchu 81
1. Stanovení peroxydu vodíku 81
2. Stopy barya ve strontnatých solích. Metoda standardního přidání 82
3. Redukce jodičnanů a bromičnanů 84
4. Stanovení stop bromičnanů v chlorečnanech 85
5. Stanovení jodičnanů v chilském ledku 86
6. Polarografické spektrum 86
7. Stanovení kysličníku zinečnatého v lithoponu 89
8. Stanovení mědi a zinku v mosazi 89
9. Acetaldehyd a formaldehyd 92
10. Stanovení formaldehydu ve farmaceutických přípravcích 93
11. Čistota etheru 94
12. Redukční vlny glukosy a fruktosy 95
13. Stanovení fruktosy v medu 97
14. Anodická oxydace kyseliny askorbové 98
15. Stanovení stop nitrobenzenu v anilinu podle J. V. A. Nováka [13] 101
16. Stanovení cystinu 102
17. Brdičkova sérologická reakce 104

B. Stanovení za nepřístupu vzduchu 105
1. Stanovení dusičnanů a dusitanů 105
2. Anodická depolarisace chloridovými ionty 107
3. Redukční a oxydační vlny železa 108
4. Stanovení kyslíku 109
5. Polarografické stanovení acetonu 111
6. Stanovení alkálií metodou Majerovou [15] a derivační metodou podle Vogela a Říhy [9] 112
7. Rozlišení splývajících vln 114
8. Stupňovité redukce 117

V. Příklady z praktické analysy 119

1. Užití polarografie v metalurgii 119
a) Stanovení stop olova a kadmia v mědi podle Spálenky [16] 130
b) Stanovení chromu v ocelích podle Spálenky [17] 121
c) Stanovení alkálií v aluminiu 122
d) Stanovení kadmia, zinku, olova a mědi v zinkových rudách podle Krause a Nováka [19] 122

e) Současné stanovení manganu a železa v železných rudách a ve vodách podle Nováka, Kůty a Říhy [20] 123
f) Stanovení molybdenu v rudách 124
2. Polarografické chování organických látek 125
a) Chinhydron 126
b) Kyselina pyrohroznová 126
c) Stanovení DDT 128
3. Aplikace ve farmacii a biochemii 129
a) Stanovení sacharinu v tabletách 130
b) Stanovení některých vitaminů 130
c) Stanovení alkaloidů 132
d) Stanovení morfinu podle Baggesgaarda-Rasmussena [29] 133
e) Stanovení oxydačních produktů morfinu a kodeinu 134
f) Stanovení santoninu podle Šantavého a Brzáka [34] 134
g) Stanovení veronalu 135
h) Analysy etherických olejů 136
4. Polarografie v potravinářském průmyslu 136
a) Stanovení olova v konservovaných potravinách [37] 136
b) Aldehydy v lihu 138
c) Vitamin C v ovoci a zelenině 138
d) Stanovení jodu v kuchyňské soli 140
5. Užití polarografie v lékařství 140
a) Stanovení nitrolátek a benzenu v krvi, moči a dechu podle Teisingera, Škramovského a Srbové [40—44] 141
b) Zkoušky na cystin a bílkoviny 142
6. Mikroanalytická stanovení 144
a) Mikroanalytické nádobky 144
b) Stanovení stop kovů v destilované vodě 146
c) Stanovení nejmenších koncentrací 146
7. Potlačování maxim 148
a) Barviva, želatina 148
b) Vliv koncentrace základního elektrolytu 150
c) Víření roztoku u maxim I. a II. druhu 151
d) Potlačování maxim přírodními produkty 153
e) Rozlišení čistoty vody 154
f) Hodnocení rafinád podle Šandery a Vavrucha [48, 49] 154
8. Polarometrické (ampérometrické) titrace 155
a) Stanovení olova roztokem chromanu 159
b) Titrace niklu dimethylglyoximem 159
c) Titrace vizmutu komplexonem 160
d) Titrace draslíku 160
e) Titrace vápenatých, hořečnatých a hlinitých iontů 160
f) Titrace derivátů kyseliny barbiturové 161
g) Titrace aromatických aminů a fenolů 162

VI. Tabulky nejdůležitějších pufrů 163

1. Pufr podle Brittona a Robinsona 163
2. Acetátový pufr podle Walpolea 163
3. Fosfátový pufr podle Michaelise 164

4. Borátový pufr podle MICHAELISE 164
5. Borátový pufr podle MICHAELISE 164
6. Pufr podle MCILVAINA 165

VII. Tabulky nejdůležitějších půlvlnových potenciálů 166

Tabulka Ia. Půlvlnové potenciály vylučování některých kationtů 167
Tabulka Ib. Půlvlnové potenciály vylučování některých kationtů 168
Tabulka II. Potenciály redukcí anorganických látek 172
Tabulka III. Anodické depolarisační potenciály anorganických systémů . . . 175
Tabulka IV. Půlvlnové potenciály anorganických redox systémů 176
Tabulka V. Půlvlnové potenciály důležitých organických látek 177
1. Půlvlnové potenciály organických redox systémů 177
2. Půlvlnové potenciály halogenderivátů 179
3. Půlvlnové potenciály nenasycených uhlovodíků a kyselin 179
a) Nenasycené uhlovodíky 179
b) Nenasycené kyseliny 180
4. Půlvlnové potenciály kyslíkatých sloučenin 180
a) Aldehydy 180
b) Ketony 181
c) Sacharidy 182
5. Půlvlnové potenciály dusíkatých sloučenin 184
a) Alifatické 184
b) Aromatické 185
c) Heterocyklické 186
6. Půlvlnové potenciály alkaloidů 187
7. Půlvlnové potenciály vitaminů 188
8. Půlvlnové potenciály hormonů a steroidů 189
9. Anodická depolarisace organickými látkami 189
a) Látky, které reagují se rtutí 189
b) Anodické oxydace 190
10. Půlvlnové potenciály ostatních látek 191

VIII. Seznam potřebných reagencií a laboratorního vybavení 193

1. Chemikálie 193
2. Základní roztoky častěji užívané 194
3. Laboratorní sklo 195
4. Ostatní vybavení 195

IX. Literatura 197

1. Monografie 197
2. Speciální polarografická literatura 200
a) Sborníky a zvláštní čísla časopisů 200
b) Polarografické časopisy 200
c) Bibliografické soupisy 201
3. Přehledné referáty 201
a) V knihách 201
b) V časopisech 203
4. Literatura v textové části 206