

OBSAH

Úvod	15
----------------	----

ZÁKLADNÍ POJMY A POMŮCKY

Princip odměrného stanovení	16
Odměrné nádoby	16
Koncentrace odměrného roztoku, pojem ekvivalentu a normálního roztoku	20
Příklady odvození gramekvivalentů chemických látek pro normální roztoky u různých druhů reakcí	21
Základní látky v odměrné analýze	23
Faktor odměrného roztoku	24
Rozdělení odměrné analýsy	27

NEUTRALISAČNÍ ANALÝSA

Všeobecná část	30
Exponent vodíkových iontů pH a jeho význam v neutralizační analýze	30
Přehled vzorců pro výpočet pH slabých kyselin, zásad a jejich solí	34
Indikátory v neutralizační analýze	35
Nejčastější indikátory neutralizační analýsy (tab. 1.)	38
Základní látky pro alkalimetrické roztoky	40
Příprava ca 0,2N hydroxydu alkalického, KOH nebo NaOH	42
Příprava 0,2N roztoku kyseliny šťavelové	43
Stanovení faktoru ca 0,2N roztoku NaOH na 0,2N roztok kyseliny šťavelové	44
1. Stanovení na fenolftalein	44
2. Stanovení na methylovaně s použitím roztoku chloridu vápenatého	46
Základní látky pro acidimetrické roztoky	47
Kyselý uhličitán draselný KHCO_3	47
Kyselý uhličitán sodný NaHCO_3	47

Uhličitan sodný, bezvodý Na_2CO_3	47
Šťavelan sodný $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (podle Sörenseny)	48
Kysličník rtuťnatý HgO (žlutý)	48
Příprava ca 0,2N roztoku kyseliny chlorovodíkové	49
Příprava ca 0,2N roztoku kyseliny sírové	50
Stanovení faktoru ca 0,2N HCl nebo ca 0,2N H_2SO_4	
1. Stanovení faktoru na kyselý uhličitan draselný KHCO_3	50
2. Stanovení faktoru na bezvodý uhličitan sodný Na_2CO_3	52
3. Stanovení faktoru na šťavelan sodný $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ podle Sörenseny	54
4. Stanovení faktoru na kysličník rtuťnatý HgO (žlutý).	55
5. Stanovení faktoru na 0,2N roztok NaOH známého faktoru	55

Acidimetrická stanovení

Alkalické hydroxydy NaOH a KOH	57
Hydroxydy žiravých zemin Ca(OH)_2 , Ba(OH)_2 , Sr(OH)_2	59
Normální uhličitan alkalický Na_2CO_3 a K_2CO_3	60
Titrace na methylovanž	61
Titrace na fenolftalein	62
Uhličitan ve vodě nerozpustný	63
Postup stanovení CaCO_3 ve vápenci	64
Uhličitan a hydroxyd alkalický v technickém NaOH nebo KOH	65
1. Stanovení podle Winklera	65
2. Stanovení podle Wardera	67
Normální a kyselý uhličitan alkalický podle Winklera	68
Kysličník a uhličitan vápenatý v páleném vápně	70
<i>Tvrdost vody</i>	72
Tvrdost karbonátová čili přechodná	73
Tvrdost nekarbonátová čili stálá	74
Stanovení celkové tvrdosti za přítomnosti kyselého uhličitanu alkalického podle Warthy-Pfeiffera	75

<i>Dusík ve sloučeninách</i>	77
Dusík v amonné soli	77
1. Stanovení methodou destilační	77
Postup stanovení amoniakového dusíku v síranu amonném	79
2. Stanovení methodou podle Hanuše	80
Postup stanovení amoniakového dusíku v síranu amonném	80
Dusík v dusičnanech a dusitanech	82
1. Redukce dusičnanu v kyselém prostředí podle Ulsche	82

Postup stanovení dusičnanového dusíku podle Ulsche v ledku vápenatém	83
2. Redukce dusičnanu, po případě dusitanu, v alkalickém prostředí	84
Postup stanovení dusičnanového dusíku podle Devardy ve vápenatém ledku	84
3. Redukce dusičnanu, po případě dusitanu v přítomnosti chloridu hořečnatého Arndovou slitinou	85
Postup stanovení dusičnanového dusíku podle Arnda v ledku vápenatém	86
Dusík v organických látkách	86
1. Způsob podle Kjeldahla	86
Postup stanovení dusíku v organické dusíkaté látce podle Kjeldahla	88
2. Způsob Jodlbauerův	88
Postup stanovení celkového dusíku amoniakového, dusičnanového a organického ve smíšeném dusíkatém hnojivu podle Jodlbauera	89
Přehled stanovení jednotlivých forem dusíku ve smíšených hnojivech.	90
1. Dusík amoniakový a dusičnanový	90
2. Dusík amoniakový a organický	90
3. Dusík dusičnanový a organický	90
4. Dusík dusičnanový, amoniakový a organický	91

Alkalimetrická stanovení

Silné organické kyseliny	91
Postup při stanovení kyseliny dusičné	93
Středně silné a slabé anorganické kyseliny	94
Kyselina uhličitá H_2CO_3	94
Přímé stanovení volné kyseliny uhličité ve vodách	94
Nepřímé stanovení kyseliny uhličité	95
Kyselina siřičitá H_2SO_3	95
Postup stanovení na methylovanž	96
Postup stanovení na fenoltalein	97
Kyselina boritá H_3BO_3	97
Postup stanovení kyseliny borité v boraxu za použití glycerinu	98
Kyselina fluorovodíková HF	99
Kyselina fosforečná H_3PO_4	99
Organické kyseliny	100

Úvod	101
Redox—potenciály	103
Normální potenciály E_0 některých význačnějších anorganických redox-systémů (tab. 2)	105
Redox—indikátory	106

Manganometrie

Základní látky v manganometrii	108
Kyselina šťavelová $C_2H_2O_4 \cdot 2 H_2O$	108
Šťavelan sodný $Na_2C_2O_4$ podle Sørensenů	108
Síran železnato-amonný $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$ čili Mohrova sůl	108
Kovové železo Fe	109
Kyslíčník arsenitý As_2O_3	109
Příprava ca 0,1N roztoku $KMnO_4$	109
Zásady při titraci roztokem manganistanu draselného	110
Odvození ekvivalentu základních manganometrických látek a stanovení faktoru ca 0,1N roztoku $KMnO_4$	
1. na kyselinu šťavelovou $C_2H_2O_4 \cdot 2 H_2O$	110
2. na šťavelan sodný $Na_2C_2O_4$ podle Sørensenů	112
3. na síran železnato-amonný $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$ čili Mohrovu sůl	112
4. na kovové železo Fe	113
5. na kyslíčník arsenitý As_2O_3	115

Manganometrická stanovení

Sloučeniny železnaté	116
A. Sloučeniny železnaté rozpustné ve vodě	116
Stanovení dvojmocného železa v technickém síranu železnatém	118
Stanovení dvojmocného železa v technickém chloridu železnatém	118
B. Sloučeniny železnaté nerozpustné ve vodě, rozpustné v kyselině chlorovodíkové	119
C. Sloučeniny železnaté nerozpustné ve vodě i v kyselině chlorovodíkové	120
Sloučeniny železité	120
Stanovení železa ve směsi $Fe_2O_3 + Al_2O_3$ po redukci iontů železitých vodíkem ve stavu zrodu	122

Stanovení železa v železitě soli po redukcii iontů železitých chloridem cínatým v prostředí zředěné kyseliny chlorovodíkové podle Zimmermanna-Reinhardta	123
Stanovení železa v železných rudách, ve výpalech a v pyritu	123
Stanovení železa v kyslíkaté rudě po rozkladu rudy kyselinou chlorovodíkovou	125
Stanovení celkového železa v kyslíkaté rudě po žíhání rudy s Quadratovou směsí	125
Stanovení veškerého železa v železných rudách po tavení rudy se směsí uhlíčitanu alkalického, po případě s přísadou dusičnanu draselného	126
Stanovení veškerého železa v pyritu po oxydačním rozkladu pyritu	126
Sloučeniny antimonitě	127
Postup stanovení Sb v komposici	129
Peroxydy a persoli	
1. Peroxyd vodíku H_2O_2	129
2. Peroxydy: peroxyd barya BaO_2 a peroxyd sodíku Na_2O_2	130
Postup stanovení BaO_2	131
Postup stanovení Na_2O_2 podle Milbauera	131
3. Persoli	132
Dusitany	133
Postup přímého manganometrického stanovení	134
Okysličovadla	134
Kyslíčník manganičitý MnO_2 (burel)	134
Postup stanovení při použití	
1. kyseliny šťavelové jako redukovadla	135
2. přesně 0,1N roztoku arsenitanu sodného jako redukovadla	136
Kyslíčník olovičitý PbO_2 a minium (sulfík) Pb_3O_4	137
Postup stanovení při použití	
1. kyseliny šťavelové (přesně 0,1N roztoku nebo přímé navážky) jako redukovadla	137
2. přesně 0,1N roztoku arsenitanu sodného jako redukovadla	138
Sloučeniny manganaté	139
A. Přímé stanovení	139
Postup stanovení Mn ve ferromanganu methodou podle Volharda-Wolffa.	140
B. Nepřímá stanovení	142
Mangan ve slitině oxydaci chlorečnanem na hydratovaný $MnO_2 \cdot xH_2O$ podle Hampeho	142
Mangan ve slitině oxydaci na kyselinu manganistou methodou persíranovou podle Procter-Smitha.	143
Provozní postup stanovení Mn empirickým roztokem arsenitanu sodného u oceli s max. 1 % chromu	143

Sloučeniny vápenaté	145
Postup přímého stanovení CaO ve vápenci	146
Organické látky v pitné a užitkové vodě	147
Postup stanovení oxydovatelnosti vody	
1. v kyselém prostředí	147
2. v alkalickém prostředí	148

Titrace roztokem dvojjchromanu draselného

Příprava 0,1N roztoku $K_2Cr_2O_7$	149
Indikátory	149
Stanovení roztokem dvojjchromanu draselného	150
Sloučeniny železnaté (podle J. Knopa)	150
Sloučeniny železité.	151

Titrace roztokem jodu nebo titrace roztoku jodu (jodometrie)

Úvod	151
Indikátory	152
Základní látky v jodometrii	
Čistý, resublimovaný jod	153
Dvojjchroman draselný $K_2Cr_2O_7$	153
Jodičnan draselný KJO_3	154
Bromičnan draselný $KBrO_3$	154
Příprava ca 0,1N roztoku jodu	154
Příprava ca 0,1N roztoku thiosíranu sodného $Na_2S_2O_3 \cdot 5 H_2O$	155
Příprava přesně 0,1N roztoku arsenitanu sodného	156
Odvození ekvivalentu základních jodometrických látek a stanovení faktoru ca 0,1N roztoku thiosíranu sodného	
1. na resublimovaný jod	157
2. na dvojjchroman draselný $K_2Cr_2O_7$	157
Postup stanovení ve slabě kyselém prostředí (podle Treadwella)	158
3. Na jodičnan draselný KJO_3 a bromičnan draselný $KBrO_3$	159
Postup stanovení	
a) na jodičnan draselný KJO_3	159
b) na bromičnan draselný $KBrO_3$	159
4. Na 0,1N roztok $KMnO_4$ známého faktoru	160
Stanovení faktoru ca 0,1N roztoku jodu	160
Postup stanovení	
a) na 0,1N roztok thiosíranu sodného známého faktoru	161
b) na 0,1N roztok arsenitanu sodného, event. kyslíčnk arsenitý p.a.	161

A. Stanovení redukovaadel titrací roztokem jodu přímo nebo z rozdílu

1. Stanovení v neutrálním a kyselém prostředí	162
Sloučeniny arsenité	162
Sloučeniny antimonité	163
Postup stanovení antimonu v chloridu antimonitém a vinanu antimonylodraselném (dávivém vinném kameni)	164
Sloučeniny cínaté	164
Postup stanovení cínu v cínových a olovnatých komposicích	165
Sirovodík v sirovodíkové vodě	165
Sirovodík v sirnicích rozpustných ve vodě	167
Sirovodík v sirnicích nerozpustných ve vodě, rozpustných v mine- rálních kyselinách	167
Postup stanovení síry v surovém železe a v litině	168
Kyslíčnk sířičitý v sířičité vodě a v sířičitanech	170
Sírník (S^{2-}), sířičitan (SO_3^{2-}) a thiosíran ($S_2O_3^{2-}$) ve směsi	171
2. Stanovení v alkalickém prostředí	172
Formaldehyd HCOH	172

*B. Stanovení oxydovadla redukcí jodidem draselným v neutrálním nebo
kyselém prostředí a titrací vzniklého jodu roztokem thiosíranu sodného.* 173

1. Halogeny: Cl_2 , Br_2 , J_2	174
Postup stanovení hodnoty chlorové a bromové vody	174
Chlornany (ClO^-) a bromnany (BrO^-)	174
1. Podle Bunsena v kyselém prostředí	175
2. Podle Pontia v prostředí kyselého uhličitanu sodného	175
3. Podle Penota v prostředí kyselého uhličitanu sodného	175
Postup stanovení účinného chloru v chlorovém vápně podle Penota	176
Chlorečnany (ClO_2^-)	177
Bromičnany (BrO_2^-) a jodičnany (JO_2^-)	177
Jodistany (JO_4^-)	178
Chromany (CrO_4^{2-}) a dvojchromany ($Cr_2O_7^{2-}$)	179
Peroxyd vodíku	
Stanovení v kyselém prostředí	180
Stanovení v alkalickém prostředí	181
Peroxydy a persoli ve vodě rozpustné	181
Sůl měďnatá	182
Postup stanovení Cu^{2+} podle de Haëna-Lowa	183
Postup stanovení Cu^{2+} podle Bruhnse	183



Titrace roztokem bromičnanu draselného

Příprava 0,1N roztoku KBrO_3	184
Indikátory	185
Stanovení soli antimonitě Sb^{3+} , po případě arsenitě As^{3+}	185
Stanovení antimonu v ložiskovém kovu (komposici)	186

Reduktometrie

Titrace roztokem chloridu (event. síranu) titanitého	186
Příprava ca 0,1N roztoku TiCl_3	187
Indikátory	187
Stanovení faktoru ca 0,1N roztoku chloridu titanitého na síran železito- amonný $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$	188
Titanometrické stanovení železa v železitě soli. <i>zhled. jímny</i>	188

TITRACE ROZTOKY SRÁŽECÍMI, KOMPLEXOTVORNÝMI NEBO TVOŘÍCÍMI NEDISOCIOVANÉ SLOUČENINY

Úvod	190
Součin rozpustnosti (S).	190
Součiny rozpustnosti (S) a příslušné exponenty (pS) některých stříbrných, rtuťných a mědných solí za obyčejné teploty (tab. 3).	191
Indikátory odměrné srážecí analysy	
Barevný indikátor	192
Srážecí indikátor	192
Adsorpční indikátor	193

A. Titrace roztokem dusičnanu stříbrného (argentometrie)

Příprava 0,1N roztoku dusičnanu stříbrného AgNO_3	194
Příprava 0,1N roztoku chloridu sodného NaCl	195
Stanovení faktoru ca 0,1N roztoku AgNO_3 na 0,1N roztok NaCl	195
Příprava ca 0,1N roztoku rhodanidu draselného (event. amonného).	196
Stanovení faktoru ca 0,1N roztoku KCNS na 0,1N AgNO_3	196

Argentometrická stanovení

Chloridy podle Mohra <i>8. jímny</i>	197
Chloridy podle Volharda <i>8. jímny</i>	198

Rhodanidy podle Volharda	199
Kyanidy podle Liebigh-Denigès	200
Stanovení stříbra	201
Stříbro podle Volharda	201
Stříbro podle Gay-Lussaca	202
Postup stanovení stříbra ve slitině	203

B. Titrace roztokem dusičnanu rtuťnatého (merkurimetrie)

Indikátory	204
Příprava 0,1N roztoku dusičnanu rtuťnatého	205
Stanovení faktoru ca 0,1N roztoku $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ na 0,1N roztok NaCl	206
Stanovení faktoru ca 0,1N roztoku KCNS na 0,1N roztok $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$	206

Merkurimetrická stanovení

Chloridy a bromidy podle Votočka	207
Rhodanidy nebo kation rtuťnatý (Hg^{2+})	208
Postup stanovení (CNS^-)	209
Postup stanovení (Hg^{2+})	209

Z ÁKLADY KOMPLEXOMETRICKÉ TITRACE

Úvod	210
Struktura komplexů, jejich vznik a vlastnosti	211
Komplexometrické indikátory	212

Rozdělení komplexometrických titrací

Základní odměrné roztoky	213
Příklady komplexometrických stanovení	214
Stanovení vápníku ve vodách	214
Stanovení vápníku a hořečku ve vodách	214
Příklady	215
Tabulky	218
Seznam použité literatury	233
Rejstřík	235