

Spis rzeczy

1. Zagadnienia ogólne	11
1.1. Metody analizy ilościowej	11
1.1.1. Skala metod	11
1.1.2. Analiza śladowa	12
1.1.3. Podział metod analizy ilościowej	13
1.1.4. Chemia analityczna branżowa	15
1.1.5. Metody znormalizowane	15
1.1.6. Ogólny schemat przebiegu analizy ilościowej	16
1.1.7. Kryteria wyboru metody	17
1.2. Pobieranie próbek	18
1.2.1. Ogólne zasady pobierania próbek	18
1.2.2. Pobieranie próbek gazów	19
1.2.3. Pobieranie próbek cieczy	19
1.2.4. Pobieranie próbek ciał stałych	21
1.2.5. Rozdrabnianie i zmniejszanie próbek	22
1.3. Woda w próbkach	23
1.4. Rozkład próbek	24
1.4.1. Rozpuszczanie próbek	24
1.4.2. Stapianie próbek i osadów z topnikami	30
1.4.3. Mineralizacja próbek organicznych	37
1.4.4. Inne metody rozkładu	39
1.5. Ocena wyników analizy	40
1.5.1. Dokładność, precyzja, czułość	40
1.5.2. Błędy w analizie ilościowej	44
1.5.3. Statystyczne kryteria oceny wyników	46
1.5.4. Przedstawianie wyników analizy	50
1.6. Literatura chemii analitycznej	52
1.6.1. Czasopisma	52
1.6.2. Literatura książkowa	54
2. Metody rozdzielania i zagęszczania	59
2.1. Metody strącaniowe	59
2.1.1. Wprowadzenie	59
2.1.2. Strącaniowe rozdzielanie makroskładników	60
2.1.3. Oddzielanie śladów z zastosowaniem nośników	64

2.1.4. Przykłady metod rozdzielania	65
2.2. Ekstrakcja	71
2.2.1. Wprowadzenie	71
2.2.2. Układy ekstrakcyjne	73
2.2.3. Zastosowanie ekstrakcji w analizie	82
2.2.4. Technika ekstrakcji	85
2.2.5. Przykłady metod rozdzielania	89
2.3. Metody oparte na lotności substancji	96
2.3.1. Wprowadzenie	96
2.3.2. Zastosowania w analizie	97
2.3.3. Przykłady metod rozdzielania	99
2.4. Wymiana jonowa	103
2.4.1. Wprowadzenie	103
2.4.2. Przebieg reakcji wymiany jonowej	105
2.4.3. Technika stosowania jonitów	111
2.4.4. Zastosowanie jonitów w analizie	113
2.4.5. Przykłady metod rozdzielania	115
3. Analiza wagowa	121
3.1. Wiadomości wstępne	121
3.1.1. Wprowadzenie	121
3.1.2. Ogólne podstawy strącania osadów	122
3.2. Wagi i ważenie	124
3.2.1. Wagi i zasada ich działania	124
3.2.2. Ważenie na wagach analitycznych	127
3.2.3. Naczynia do odważania	129
3.3. Czynności i sprzęt	130
3.3.1. Strącanie osadów	130
3.3.2. Oddzielanie osadów	134
3.3.3. Suszenie i prażenie osadów	140
3.4. Wagowe metody oznaczania	147
3.4.1. Przegląd metod	147
3.4.2. Przykłady wagowych metod oznaczania	150
4. Analiza miareczkowa. Część ogólna	173
4.1. Wiadomości wstępne	173
4.1.1. Wprowadzenie	173
4.1.2. Klasyfikacja metod miareczkowych	174
4.1.3. Punkt równoważnikowy (PR) i punkt końcowy (PK) miareczkowania. Miano roz- tworu	174
4.1.4. Wskaźniki PK miareczkowania	175
4.1.5. Typy metod miareczkowych	176
4.2. Technika analizy miareczkowej	177
4.2.1. Odmierzanie objętości cieczy	177
4.2.2. Naczynia miarowe	178
4.2.3. Mycie naczyń miarowych	182
4.2.4. Sprawdzanie naczyń miarowych	183
4.2.5. Użytkowanie kolb miarowych i pipet	185
4.2.6. Wykonanie miareczkowania	187
5. Analiza miareczkowa. Alkacymetria	190
5.1. Podstawy teoretyczne	190
5.1.1. Uwagi ogólne	190
5.1.2. Wskaźniki pH	191

5.1.3. Miareczkowanie mocnego kwasu (zasady) mocną zasadą (kwasem)	195
5.1.4. Miareczkowanie słabego kwasu mocną zasadą i słabej zasady mocnym kwasem	199
5.1.5. Miareczkowanie wieloprotonowych kwasów (zasad) oraz mieszanin kwasów (zasad)	203
5.1.6. Miareczkowanie w środowiskach niewodnych	207
5.2. Metody alkacymetryczne	212
5.2.1. Przygotowanie roztworów mianowanych	212
5.2.2. Przykłady oznaczeń alkalimetrycznych	218
5.2.3. Przykłady oznaczeń acydymetrycznych	221
5.2.4. Przykłady oznaczeń w środowisku niewodnym	228
6. Analiza miareczkowa. Kompleksometria	232
6.1. Podstawy teoretyczne	232
6.1.1. Wstęp	232
6.1.2. Krzywe miareczkowania kompleksometrycznego	233
6.1.3. Wskaźniki stosowane w kompleksometrii	237
6.2. Miareczkowanie roztworem EDTA	241
6.2.1. Wprowadzenie	241
6.2.2. Przygotowanie 0,01 M roztworu EDTA	242
6.2.3. Przykłady miareczkowania roztworem EDTA	243
6.3. Inne metody kompleksometryczne	250
6.3.1. Miareczkowanie roztworem rtęci(II). Merkurymetria	250
6.3.2. Miareczkowanie roztworem AgNO_3	252
7. Analiza miareczkowa. Redoksometria	254
7.1. Podstawy teoretyczne	254
7.1.1. Uwagi ogólne	254
7.1.2. Krzywe miareczkowania redoks	255
7.1.3. Wskaźniki redoks	258
7.2. Manganometria	262
7.2.1. Wprowadzenie	262
7.2.2. Przygotowanie 0,02 M roztworu KMnO_4	263
7.2.3. Przykłady oznaczeń manganometrycznych	266
7.3. Cerometria	274
7.3.1. Wprowadzenie	274
7.3.2. Przygotowanie 0,1 M roztworu $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$	275
7.3.3. Przykłady oznaczeń cerometrycznych	275
7.4. Chromianometria	277
7.4.1. Wprowadzenie	277
7.4.2. Przygotowanie 0,015 M roztworu $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	278
7.4.3. Przykłady oznaczeń chromianometrycznych	278
7.5. Bromianometria	280
7.5.1. Wprowadzenie	280
7.5.2. Przygotowanie 0,015 M roztworu KBrO_3	281
7.5.3. Przykłady oznaczeń bromianometrycznych	281
7.6. Jodometria	285
7.6.1. Wprowadzenie	285
7.6.2. Przygotowanie 0,1 M roztworu $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	287
7.6.3. Przygotowanie 0,05 M roztworu jodu	290
7.6.4. Przykłady oznaczeń jodometrycznych	291
7.7. Tytanometria	298
7.7.1. Wprowadzenie	298

7.7.2.	Przygotowanie 0,1 M roztworu TiCl_3	299
7.7.3.	Przykład oznaczenia tytanometrycznego	301
8.	Analiza miareczkowa strąceniowa	303
8.1.	Podstawy teoretyczne	303
8.1.1.	Uwagi ogólne	303
8.1.2.	Krzywe miareczkowania	304
8.1.3.	Wskaźniki w miareczkowaniu strąceniowym	307
8.2.	Argentometria	310
8.2.1.	Wprowadzenie	310
8.2.2.	Przygotowanie 0,1 M roztworu AgNO_3	311
8.2.3.	Przykłady oznaczeń argentometrycznych	311
8.3.	Inne metody strąceniowe	315
8.3.1.	Wprowadzenie	315
8.3.2.	Miareczkowanie roztworem $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	315
9.	Analiza spektrofotometryczna	319
9.1.	Wprowadzenie	319
9.2.	Aparatura. Techniki spektrofotometryczne	321
9.3.	Metody spektrofotometryczne	323
9.3.1.	Czułość, precyzja, dokładność, selektywność	323
9.3.2.	Układy barwne	325
9.3.3.	Wykonanie oznaczenia spektrofotometrycznego	327
9.4.	Przykłady metod spektrofotometrycznych	330
9.4.1.	Oznaczanie antymonu metodą rodaminy B	331
9.4.2.	Oznaczanie azotu w postaci amoniaku metodą Nesslera	332
9.4.3.	Oznaczanie boru metodą błękitu metylenowego	333
9.4.4.	Oznaczanie chromu w postaci $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	334
9.4.5.	Oznaczanie chromu za pomocą 1,5-difenylokarbazydu	336
9.4.6.	Oznaczanie cyrkonu za pomocą arsenazo III	337
9.4.7.	Oznaczanie fosforu(V) w postaci błękitu fosforomolibdenowego	338
9.4.8.	Oznaczanie glinu za pomocą chromazurolu S i CTA	339
9.4.9.	Oznaczanie manganu w postaci MnO_4^-	340
9.4.10.	Oznaczanie manganu za pomocą formaldehydu	341
9.4.11.	Oznaczanie miedzi za pomocą kuprizonu	343
9.4.12.	Oznaczanie molibdenu metodą rodankową	343
9.4.13.	Oznaczanie niklu(IV) za pomocą dimetyloglioksymu	344
9.4.14.	Oznaczanie ołowiu metodą ditizonową	345
9.4.15.	Oznaczanie srebra za pomocą ditizonu	347
9.4.16.	Oznaczanie tytanu metodą nadtlenną	349
9.4.17.	Oznaczanie żelaza(III) metodą rodankową	350
9.4.18.	Oznaczanie żelaza(II) za pomocą 1,10-fenantroliny	352
10.	Analiza materiałów	354
10.1.	Minerały i rudy	354
10.1.1.	Analiza glinokrzemianu	354
10.1.2.	Analiza wapienia i dolomitu	360
10.1.3.	Analiza rudy żelaza	363
10.1.4.	Analiza pirytu	365
10.2.	Metale i stopy	367
10.2.1.	Analiza stali	367
10.2.2.	Analiza mosiądzu	377
10.2.3.	Analiza stopu żelazowego	379
10.2.4.	Analiza stopu aluminiowego	382

10.3. Nawozy sztuczne	386
10.3.1. Analiza saletry	386
10.3.2. Analiza superfosfatu	387
10.3.3. Analiza soli potasowej	388
10.4. Materiały różne	389
10.4.1. Analiza wody	389
10.4.2. Analiza śladowa popiołu roślinnego	398
Skorowidz	401

1.1. Metody analizy ilościowej

Analiza ilościowa zajmuje się oznaczaniem procentowego składu badanego materiału. Tę część podręcznika jest poświęcony chemicznym metodom oznaczania, a więc metodom wagowym i miareczkowym¹. Omówiono są również zagadnienia ogólne: pobieranie próbek, rozkład próbek i ocena wyników oznaczeń, a także metody rozdzielania pierwiastków przed ich oznaczaniem. W rozdziale końcowym opisane są analizy wybranych materiałów.

1.1.1. Skala metod

Ilość substancji (wielkość próbki) pobieranej do analizy określa skalę metody (techniki) analitycznej (tabl. 1). W metodzie decygramowej korzysta się z normalnych naczyń laboratoryjnych.

Tabela 1. Skala metod (technik) analitycznych

Określenie skali		Wielkość próbki g	Objętość roztworu ml
według IUPAC	polożenie		
Metoda decygramowa	makrometoda	$x \cdot 10^1 - x \cdot 10^{-1}$	$x \cdot 10^1 - x \cdot 10^{-1}$
Metoda centygramowa	połmikrometoda	$x \cdot 10^{-2}$	x
Metoda miligramowa	mikrometoda	$x \cdot 10^{-3}$	$x \cdot 10^{-1} - x \cdot 10^{-2}$
Metoda mikrogramowa	ultramikrometoda	$x \cdot 10^{-4} - x \cdot 10^{-5}$	$x \cdot 10^{-3} - x \cdot 10^{-4}$

¹Wskazywane wartości od 1 do 10.

²Do podręcznika właściwie rozdział poświęcony metodom spektrofotometrycznym — bardzo szeroko stosowanym — których istota polega na chemicznym przygotowaniu próbki przed pomiarem absorbancji. Wykrywanie i oznaczanie tych metodami może być bardzo dobrym ćwiczeniem dla przyszłych chemików analityków.