

OBSAH

1	Úvod	5
1.1	Predmet a význam analytickej chémie	5
1.2	Všeobecný postup pri chemickej analýze	7
1.3	Odber a úprava priemernej vzorky	9
1.4	Chemické reakcie analýz a ich zápis	12
1.4.1	Typy chemických reakcií	12
1.4.2	Zápis neutralizačných reakcií	13
1.4.3	Zápis zrážacích reakcií	14
1.4.4	Zápis komplexotvorných reakcií	15
1.4.5	Zápis redoxných reakcií	15
2	Kvalitatívna analýza anorganických látok	19
2.1	Úvod	19
2.1.1	Chemické reakcie	19
2.1.2	Citlivosť dôkazových reakcií	20
2.1.3	Metódy	21
2.1.4	Pomôcky	21
2.1.5	Dôkazové reakcie	22
2.2	Dôkaz chemických prvkov anorganickými skúmadlami	22
2.2.1	Dôkazové reakcie niektorých prvkov <i>I.A</i> skupiny periodickej sústavy	23
2.2.2	Dôkazové reakcie niektorých prvkov <i>I.B</i> skupiny periodickej sústavy	24
2.2.2.1	Dôkazové reakcie Cu^{2+}	24
2.2.2.2	Dôkazové reakcie Ag^+	25
2.2.3	Dôkazové reakcie dôležitejších prvkov <i>II.A</i> skupiny periodickej sústavy	26
2.2.3.1	Dôkazové reakcie Mg^{2+}	26
2.2.3.2	Dôkazové reakcie Ca^{2+}	26
2.2.3.3	Dôkazové reakcie Sr^{2+}	27
2.2.3.4	Dôkazové reakcie Ba^{2+}	27
2.2.4	Dôkazové reakcie prvkov <i>II.B</i> skupiny periodickej sústavy	28
2.2.4.1	Dôkazové reakcie Zn^{2+}	28
2.2.4.2	Dôkazové reakcie Cd^{2+}	29

2.2.4.3	Dôkazové reakcie Hg^{2+}	29
2.2.5	Dôkazové reakcie hliníka z <i>III.A</i> skupiny periodickej sústavy	30
2.2.5.1	Dôkazové reakcie Al^{3+}	30
2.2.6	Dôkazové reakcie niektorých prvkov <i>IV.A</i> skupiny periodickej sústavy	30
2.2.6.1	Dôkazové reakcie Sn^{2+}	30
2.2.6.2	Dôkazové reakcie Sn^{4+}	31
2.2.6.3	Dôkazové reakcie Pb^{2+}	31
2.2.7	Dôkazové reakcie niektorých prvkov <i>V.A</i> skupiny periodickej sústavy	32
2.2.7.1	Dôkazové reakcie As^{III}	33
2.2.7.2	Dôkazové reakcie As^{V}	33
2.2.7.3	Dôkazové reakcie Sb^{3+}	34
2.2.7.4	Dôkazové reakcie Sb^{V}	34
2.2.7.5	Dôkazové reakcie Bi^{3+}	34
2.2.8	Dôkazové reakcie chrómu zo <i>VI.B</i> skupiny periodickej sústavy	35
2.2.8.1	Dôkazové reakcie Cr^{3+}	35
2.2.9	Dôkazové reakcie mangánu zo <i>VII.B</i> skupiny periodickej sústavy	36
2.2.9.1	Dôkazové reakcie Mn^{2+}	36
2.2.10	Dôkazové reakcie niektorých prvkov <i>VIII.B</i> skupiny periodickej sústavy	36
2.2.10.1	Dôkazové reakcie Fe^{2+}	37
2.2.10.2	Dôkazové reakcie Fe^{3+}	37
2.2.10.3	Dôkazové reakcie Co^{2+}	38
2.2.10.4	Dôkazové reakcie Ni^{2+}	39
2.3	Dôkaz chemických prvkov organickými skúmadlami	39
2.3.1	Úvod	39
2.3.2	Dôkazové reakcie niektorých prvkov organickými skúmadlami	40
2.3.2.1	Dôkaz draslíka	40
2.3.2.2	Dôkaz medi	40
2.3.2.3	Dôkaz striebra	40
2.3.2.4	Dôkaz horčíka	40
2.3.2.5	Dôkaz zinku	41
2.3.2.6	Dôkaz ortuti	41
2.3.2.7	Dôkaz hliníka	41
2.3.2.8	Dôkaz cínu	41
2.3.2.9	Dôkaz olova	41
2.3.2.10	Dôkaz bizmutu	41
2.3.2.11	Dôkaz železa	42
2.3.2.12	Dôkaz niklu	42
2.4	Oddeľovanie a dôkaz katiónov	42
2.4.1	Metóda podľa Okáča	42
2.4.2	Metóda podľa Tananajeva	42
2.4.3	Metóda podľa Charlotta	43
2.4.4	Metóda podľa Fresenia	43
2.5	Dôkaz aniónov	44

2.5.1	Prvá skupina aniónov	45
2.5.2	Druhá skupina aniónov	46
2.5.3	Tretia skupina aniónov	47
3	Kvantitatívna analýza anorganických látok	50
3.1	Úvod	50
3.1.1	Metódy kvantitatívnej analýzy	50
3.2	Vážková analýza	51
3.2.1	Princíp	51
3.2.2	Postup	52
3.2.2.1	Úprava analytickej vzorky na stanovenie	52
3.2.2.2	Stanovenie zložky v roztoku analytickej vzorky	53
3.2.2.3	Vyhodnotenie výsledkov stanovenia	54
3.2.3	Výpočty	55
3.2.3.1	Výpočet gravimetrického faktora	55
3.2.3.2	Výpočet vhodnej hmotnosti návažku vzorky	58
3.2.3.3	Výpočet obsahu stanovovanej zložky	59
3.2.4	Príklady vážkových stanovení	61
3.2.4.1	Stanovenie železa ako oxid železitý Fe_2O_3	62
3.2.4.2	Stanovenie niklu ako bis(diacetyldioximáto)nikelnatý komplex $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$	62
3.2.4.3	Stanovenie vápnika ako uhličitan vápenatý $CaCO_3$ alebo ako síran vápenatý $CaSO_4$	63
3.2.4.4	Stanovenie chloridov ako chlorid strieborný $AgCl$	64
3.2.5	Správnosť výsledku vážkovej analýzy	65
3.3	Rovnováhy neutralizačných, zrážacích, komplexotvorných a redoxných re- akcií chemických analýz	66
3.3.1	Úvod	66
3.3.2	Rovnováhy protolytických reakcií	68
3.3.2.1	Ionizácia kyselín a zásad vo vode	68
3.3.2.2	Autoprotolýza vody a pH	69
3.3.2.3	Hydrolyza solí	71
3.3.3	Rovnováhy zrážacích reakcií	72
3.3.4	Rovnováhy komplexotvorných reakcií	72
3.3.5	Rovnováhy redoxných reakcií	78
3.4	Odmerná (titračná) analýza	81
3.4.1	Úvod	81
3.4.2	Odmerné roztoky	84
3.4.3	Výpočty	86
3.4.3.1	Výpočet hmotnosti základnej látky na prípravu jej odmerného roztoku	86
3.4.3.2	Výpočty pri titrácii	89
3.4.4	Neutralizačná odmerná analýza	109

3.4.4.1	Princíp, titračné krivky	109
3.4.4.2	Indikátory	112
3.4.4.3	Metódy	114
3.4.4.4	Príklady	115
3.4.5	Zrážacia odmerná analýza	117
3.4.5.1	Princíp, titračná krivka	117
3.4.5.2	Indikátory	118
3.4.5.3	Metódy	120
3.4.5.4	Príklady	120
3.4.6	Komplexotvorná odmerná analýza	123
3.4.6.1	Princíp, titračné krivky	123
3.4.6.2	Indikátory	126
3.4.6.3	Metódy	127
3.4.6.4	Príklady	128
3.4.7	Redoxná odmerná analýza	130
3.4.7.1	Princíp, titračné krivky	130
3.4.7.2	Indikátory	133
3.4.7.3	Metódy	134
3.4.7.4	Príklady	137
4	Výsledky analytických stanovení a ich spracovanie	142
4.1	Chyby analytických stanovení	142
4.1.1	Rozdelenie chýb analýz	142
4.1.2	Niektoré základné pojmy	143
4.1.3	Štatistické sledovanie náhodných chýb	145
4.1.4	Interval spoľahlivosti	147
4.2	Testovanie výsledkov	148
4.2.1	Vylučovanie odľahlých výsledkov	148
4.2.2	Testovanie správnosti priemeru	149
4.2.3	Testovanie zhodnosti dvoch priemerov	149
4.2.4	Dovolený rozdiel dvoch paralelných stanovení	150
4.2.5	Príklad spracovania výsledkov analýz	151
5	Analýza organických látok	154
5.1	Úvod	154
5.1.1	Charakteristika a metódy analýzy organických látok	154
5.1.2	Určovanie jednotnosti vzorky organickej látky	156
5.1.3	Analýza chemicky čistej organickej látky	156
5.1.4	Princíp analýzy zmesi organických látok	157
5.2	Kvalitatívna elementárna (prvková) analýza	158
5.2.1	Dôkaz uhlíka a vodíka	158

5.2.2	Dôkaz kyslíka	158
5.2.3	Dôkaz síry, dusíka a halogénov	159
5.2.3.1	Dôkaz síry	159
5.2.3.2	Dôkaz dusíka	160
5.2.3.3	Dôkaz halogénov	160
5.3	Kvantitatívna elementárna (prvková) analýza	161
5.3.1	Stanovenie uhlíka a vodíka	161
5.3.2	Stanovenie kyslíka	163
5.3.3	Stanovenie dusíka	163
5.3.4	Stanovenie halogénov	166
5.3.4.1	Oxidačné metódy	166
5.3.4.2	Redukčné metódy	167
5.3.5	Stanovenie síry	167
5.3.5.1	Oxidačné metódy	168
5.3.5.2	Redukčné metódy	168
5.4	Dôkaz a stanovenie funkčných skupín a násobných väzieb	169
5.4.1	Hydroxylová skupina	169
5.4.1.1	Dôkaz hydroxylovej skupiny	169
5.4.1.2	Stanovenie hydroxylovej skupiny	170
5.4.2	Karbonylová skupina	172
5.4.2.1	Dôkaz karbonylovej skupiny	172
5.4.2.2	Stanovenie karbonylovej skupiny	173
5.4.3	Karboxylová skupina	174
5.4.3.1	Dôkaz karboxylovej skupiny	174
5.4.3.2	Stanovenie karboxylovej skupiny	174
5.4.4	Zásadité dusíkaté skupiny	175
5.4.4.1	Dôkaz amínov	175
5.4.4.2	Stanovenie amínov	176
5.4.5	Násobné väzby	177
5.4.5.1	Dôkaz násobných väzieb	177
5.4.5.2	Stanovenie násobných väzieb	178
6	Kvalita výrobkov. Normy	180
6.1	Úvod	180
6.2	Riadenie kvality výrobkov a ich hodnotenie	180
6.3	Normalizácia a štandardizácia	183
6.3.1	Vypracovanie noriem	183
6.3.2	Stupne noriem	184
6.3.2.1	Československé štátne normy	184
6.3.2.2	Odborové normy	184
6.3.2.3	Podnikové normy	184
6.3.3	Číslovanie noriem	184

6.3.4	Stavba noriem	185
6.3.5	Medzinárodné odporúčania a normy	186

Laboratórne cvičenia

1	Úvod	187
1.1	Oboznámenie s analytickým laboratóriom	187
1.2	Chemické nádoby a laboratórne pomôcky	188
1.3	Bezpečnosť pri práci	191
1.3.1	Zásady bezpečnej práce v analytických laboratóriách	192
2	Presné meranie hmotnosti a objemu	194
2.1	Meranie hmotnosti — váženie	194
2.2	Práca s pipetou a byretou	197
3	Dôkaz a oddeľovanie katiónov a aniónov	202
3.1	Pokusy na dôkaz a oddeľovanie katiónov anorganickými skúmadlami	202
3.2	Pokusy na dôkaz aniónov anorganickými skúmadlami	207
3.3	Pokusy na dôkaz katiónov organickými a anorganickými skúmadlami	210
4	Vážkové stanovenia	215
4.1	Príprava žihacieho téglíka na vážkové stanovenie	216
4.2	Príklady jednoduchých vážkových stanovení	217
4.2.1	Vážkové stanovenie síranov ako BaSO_4	217
4.2.2	Vážkové stanovenie hliníka ako Al_2O_3	219
4.2.3	Vážkové stanovenie niklu ako $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2$	221
5	Odmerné (titračné) stanovenia	223
5.1	Príprava indikátorov na odmernú analýzu	223
5.1.1	Príprava roztoku fenolftaleínu	223
5.1.2	Príprava roztoku metyloranže	223
5.1.3	Príprava roztoku metylčervene	224
5.1.4	Príprava škrobového mazu	224
5.1.5	Príprava indikátora murexidu	224
5.2	Príprava odmerných roztokov na odmernú analýzu	225
5.2.1	Príprava roztoku hydroxidu sodného s $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$	225
5.2.2	Príprava roztoku kyseliny chlorovodíkovej s $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$	226
5.2.3	Príprava roztoku kyseliny šľavefovej s $c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,0500 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$	226

5.3	Stanovenie presnej hodnoty koncentrácie odmerných roztokov	227
5.3.1	Stanovenie presnej hodnoty, látkovej koncentrácie kyseliny chlorovodíkovej	227
5.3.2	Stanovenie presnej hodnoty látkovej koncentrácie hydroxidu sodného	228
5.4	Neutralizačné stanovenia	230
5.4.1	Stanovenie celkovej alkality technického hydroxidu sodného acidimetricky	230
5.4.2	Stanovenie kyseliny octovej v obchodnom octe alkalimetricky	231
5.5	Zrážacie stanovenie	232
5.5.1	Stanovenie obsahu chloridov vo vode argentometricky podľa Mohra	232
5.6	Komplexotvorné stanovenia	234
5.6.1	Stanovenie obsahu vápnika vo vode chelatometricky	234
5.6.2	Stanovenie obsahu niklu v heptahydráte síranu nikelnatého chelatometricky	235
5.7	Redoxné stanovenie	236
5.7.1	Stanovenie obsahu železa v heptahydráte síranu železnatého manganometricky	236
6	Analýza organických látok	238
6.1	Dôkaz niektorých funkčných skupín v organických látkach	238
6.1.1	Dôkaz acetylovej skupiny	238
6.1.2	Dôkaz karbonylovej skupiny	239
6.2	Dôkaz niektorých organických látok	239
6.2.1	Dôkaz alifatických aldehydov	239
6.2.2	Dôkaz ketónov	240
6.2.3	Dôkaz primárnych aromatických aminov	241
6.2.4	Dôkaz monosacharidov	242
6.2.5	Dôkaz a rozlíšenie primárnych, sekundárnych a terciárnych alkoholov	243
6.3	Odmerné stanovenie redukujúcich cukrov jodometricky	244
6.3.1	Schoorleho metóda	244