

Obsah

1. Úvod.....	7
2. Zásady práce v laboratoři.....	8
2.1 Bezpečnost práce v laboratoři.....	8
Pokyny pro první pomoc.....	9
2.2 Čistota chemikálií.....	10
2.3 Výpočty a hodnocení výsledků.....	11
2.3.1 Statistické zpracování výsledků.....	12
2.3.2 Zpracování výsledků odměrné analýzy.....	12
2.3.3 Zpracování výsledků vážkové analýzy.....	13
2.3.4 Určení intervalu spolehlivosti průměru.....	14
2.3.5 Numerické výpočty.....	14
2.4 Vedení laboratorních záznamů.....	17
2.5 Kontrolní otázky.....	17
Vzor protokolu z odměrné analýzy.....	18
Vzor protokolu z vážkové analýzy.....	21
3. Základní operace v chemické analýze.....	22
3.1 Přípravné práce.....	22
3.1.1 Analytické laboratorní nádobí.....	22
3.1.2 Čištění laboratorního nádobí.....	23
3.1.3 Ověřování kalibrace odměrného nádobí.....	24
3.1.4 Odběr a úprava vzorků.....	26
3.1.5 Časový rozvrh analýzy.....	27
3.2 Analytické operace.....	28
3.2.1 Váhy a vážení.....	28
Analytické váhy.....	28
Technické váhy.....	31
Vážení na analytických vahách.....	31
Vážení na předvážkách.....	33
3.2.2 Rozpouštění vzorku.....	33
3.2.3 Příprava roztoků.....	34
Pomocné roztoky.....	34
Odměrné roztoky.....	35
3.2.4 Srážení.....	36
3.2.5 Filtrace.....	38
Úprava papírového filtru.....	38
Filtrační kelímky.....	40
Kvantitativní filtrace sraženin papírovým filtrem.....	41
Filtrace sraženin filtračním kelímkem.....	43
3.2.6 Sušení, žihání a přechovávání sedlin.....	43
Sušení.....	43
Spalování a žihání sedlin.....	44
Přechovávání sedlin.....	46
3.2.7 Odpařování roztoků.....	47
3.2.8 Odměřování objemů kapalin.....	49
Způsob čtení objemu.....	49
Práce s odměrnými válci.....	51
Práce s odměrnými baňkami.....	52

Práce s pipetami.....	53
Práce s byretami.....	56
Objemové korekce na různou teplotu roztoků.....	59
3.3 Kontrolní otázky.....	60
4. Odměrná analýza.....	62
4.1 Základní pojmy.....	62
4.2 Neutralizační titrace.....	65
4.2.1 Příprava odměrných roztoků kyselin a zásad a stanovení jejich titru.....	65
Příprava přibližně 0,05M-H ₂ SO ₄	65
Stanovení titru přibližně 0,05M-H ₂ SO ₄ hydrogenuhlíčanem draselným.....	66
Příprava přibližně 0,1M-NaOH z pevného hydroxidu sodného.....	67
Příprava přibližně 0,1M-NaOH prostého uhlíčitanu.....	67
Stanovení titru přibližně 0,1M-NaOH kyselinou sírovou o známé látkové koncentraci.....	68
Vizuální určení konce titrace.....	68
Potenciometrické určení bodu ekvivalence	69
Stanovení titru přibližně 0,1M-NaOH hydrogenftalanem draselným.....	71
4.2.2 Stanovení celkové alkality a alkalického uhlíčitanu metodou Warderovou ve vzorku technického hydroxidu sodného.....	72
4.2.3 Stanovení obsahu amoniakálního dusíku (Hanušova metoda).....	74
4.2.4 Stanovení neutralizačního ekvivalentu.....	75
4.2.5 Stanovení obsahu kyseliny octové v octu.....	76
4.2.6 Stanovení stupně kyselosti mlýnských výrobků z pšenice a žita.....	76
4.3 Srážecí titrace.....	77
4.3.1 Stanovení chloridů podle Mohra.....	78
Příprava standardního roztoku chloridu sodného (přibližně 0,05M-NaCl o přesně známé látkové koncentraci).....	78
Příprava odměrného roztoku ca 0,05M-AgNO ₃	78
Stanovení titru odměrného roztoku AgNO ₃	79
Stanovení chloridů ve vzorku.....	79
4.4 Komplexometrické titrace.....	80
4.4.1 Chelatometrie.....	80
Příprava odměrného roztoku ca 0,02M-Chelatonu 3.....	82
Stanovení titru ca 0,02M-Chelatonu 3 na thiokyanatan dipyridinzinečnatý... ..	82
Stanovení titru ca 0,02M-Chelatonu 3 na chlorid olovnatý.....	83
Příprava roztoku vzorku pro chelatometrickou titraci.....	84
Stanovení hořčíku nebo zinku.....	85
Stanovení olova.....	86
Stanovení kobaltu.....	86
Stanovení bismutu.....	86
Stanovení mědi.....	86
Stanovení niklu.....	87
Stanovení vápníku.....	87
Stanovení železa.....	88
Stanovení bismutu a olova ve směsi.....	88
Stanovení vápníku a hořčíku ve směsi.....	89
4.4.2 Merkurimetrie.....	89
Stanovení chloridů podle Votočka.....	90

Příprava standardního roztoku chloridu sodného (přibližně 0,05M-NaCl) o přesně známé koncentraci.....	90
Stanovení titru ca 0,025M-Hg(NO ₃) ₂	90
Stanovení chloridů ve vzorku.....	91
4.5 Oxidačně redukční titrace.....	92
4.5.1 Permanganatometrie.....	92
Příprava odměrného roztoku ca 0,02M-KMnO ₄	92
Stanovení titru ca 0,02M-KMnO ₄ na dihydrát kyseliny šťavelové.....	93
Stanovení železa v oxidických rudách metodou Zimmermannovou- -Reinhardtovou.....	94
Stanovení peroxidu vodíku.....	95
4.5.2 Jodometrie.....	96
Příprava odměrného roztoku ca 0,025M-I ₂	96
Příprava odměrného roztoku ca 0,05M-Na ₂ S ₂ O ₃	97
Stanovení titru ca 0,05M-Na ₂ S ₂ O ₃ bromičnanem draselným.....	97
Stanovení titru ca 0,25M-I ₂ thiosíranem sodným.....	98
Stanovení mědi.....	99
Stanovení antimonu v oxido-tartaratoantimonitanu draselném (dávivém vinném kameni).....	100
4.6 Kontrolní otázky.....	101
5. Gravimetrie.....	104
5.1 Stanovení železa metodou amoniakální.....	105
5.2 Stanovení niklu metodou diacetyldioximovou.....	107
5.3 Stanovení síranů chloridem barnatým.....	109
5.4 Stanovení hořčíku metodou fosforečnanovou.....	111
5.5 Stanovení železa a hořčíku ve směsi kombinací vážkové a odměrné metody.....	113
5.6 Kontrolní otázky.....	114
6. Příklady praktických analýz.....	116
6.1 Stanovení oxidu fosforečného v hnojivech.....	116
6.2 Rozbor vápence.....	118
6.2.1 Celkový rozbor vápence.....	118
6.2.2 Zkrácený rozbor vápence a vápna.....	121
6.3 Destilační stanovení dusíku.....	123
6.3.1 Stanovení dusíku v organických látkách.....	123
6.3.2 Stanovení dusíku v dusičnanech metodou Devardovou.....	126
6.3.3 Stanovení dusíku ve směsi solí amonných a dusičnanů.....	127
6.4 Vážkové stanovení niklu v umělé směsi solí nikelnaté a železité.....	127
6.5 Manganometrické stanovení vápníku metodou šťavelanovou.....	128
6.6 Stanovení kyseliny sírové a fosforečné ve směsi.....	129
6.7 Stanovení obsahu aminokyseliny (Sørensenova metoda).....	131
7. Slovníček nejdůležitějších pojmů chemické analýzy.....	132
8. Odpovědi na otázky.....	142
8.1 Zásady práce v laboratoři, odpovědi ke kap.2.5.....	142
8.2 Základní operace, odpovědi ke kap.3.3.....	142
8.3 Odměrná analýza, odpovědi ke kap.4.6.....	144
8.4 Gravimetrie, odpovědi ke kap.5.6.....	149