ZAGADNIENIA DO KOLOKWIÓW

Wstęp do analizy ilościowej

1. Wagi analityczne i technika ważenia.
2. Szkło laboratoryjne i sprzęt używany w analizie ilościowej:
   - naczynia szklane, porcelanowe, polietylenowe – własności, warunki użytkowania
   - mycie naczyń laboratoryjnych
   - kalibrowanie kolby i pipety miarowej
   - sprzęt metalowy: palniki, piece, suszarki, łaźnie wodne – obsługa i zastosowanie
3. Podstawowe pojęcia dotyczące analityki pobieranie próbek, przechowywanie próbek, przygotowanie próbek (mineralizacja).
4. Podstawowe obliczenia analityczne związane z przygotowaniem roztworów:
   - stężenia procentowe (masowe i objętościowe)
   - stężenia molowe
   - ppm – ppb – ppt
   - przeliczanie stężeń
5. Podstawy interpretacji wyników pomiarów: rodzaje błędów w analityce chemicznej (błędy grube, błędy systematyczne, błędy przypadkowe, błąd względny, błąd bezwzględny).
6. Podstawy statystycznej obróbki wyników:
   - statystyki pozycyjne (średnia arytmetyczna, mediana, dominanta)
   - przedział ufności
   - kryteria odrzucania wyników wątpliwych
   - porównanie precyzji i dokładności pomiarów

Analiza wagowa

1. Podział metod grawimetrycznych
   - metody związane z uwalnianiem składników lotnych
   - metody strąceniowe
2. Rodzaje i charakterystyka osadów wykorzystywanych w analizie wagowej.
   - Osady krystaliczne, koloidalne
   - Warunki jakie powinien spełniać osad wykorzystywany w analizie wagowej.
3. Zjawiska zachodzące podczas wytrącania osadów:
   - adsorpcja powierzchniowa jonów
   - okluzja
   - tworzenie kryształów mieszanych
   - wytrącanie następcze
4. Pojęcie Iloczynu rozpuszczalności
   - Klasyczna i termodynamiczna definicja iloczynu rozpuszczalności (I_r)
   - Rozpuszczalność związków a iloczyn rozpuszczalności.
   - Obliczanie rozpuszczalności na podstawie I_r oraz I_r na podstawie rozpuszczalności.
5. Czynniki wpływające na rozpuszczalność osadów:
   - wpływ obcego i wspólnego jonu, efekt solny
   - wpływ odczynu roztworu (pH)
   - wpływ reakcji kompleksowania
   - wpływ reakcji redox
6. Operacje jednostkowe w analizie wagowej strąceniowej
   - wytrącanie osadów (optymalne warunki wytrącania osadów - iloczyn Weimarna)
   - oddzielanie osadów (sączenie, przemywanie, dekantacja)
   - spalanie sączków i prażenie osadów
   - postępowanie przy ważeniu uprzednio prażonego tygla
7. Przykładowe oznaczenia grawimetryczne
   - Wagowe oznaczanie Fe^{3+}, SO_4^{2-}
   - Oznaczanie zawartości składników lotnych w próbce.
8. Obliczanie wyników analizy.
   - Podstawowe obliczenia stechiometryczne. Mnożniki analityczne.

Alkacymetria

1. Klasyfikacja metod miareczkowej analizy objętościowej:
   - podział ze względu na typ reakcji będącej podstawą oznaczenia
   - podział ze względu na sposób prowadzenia miareczkowania (miareczkowanie bezpośrednie, pośrednie, odwrotne)
   - podział ze względu na sposób wyznaczania PK. miareczkowania (metody wizualne i instrumentalne
2. Miano roztworu, wyznaczanie miana roztworu, pojęcie standardu pierwotnego i wtórnego
3. Podstawy teoretyczne metod alkacymetrycznych
   - dysocjacja jonowa, stała i stopień dysocjacji, prawo rozcieńczeń Ostwalda
   - teorie elektrolitów mocnych i słabych
   - teorie kwasów i zasad (Arheniusa, Brønsteda - Lowry'ego, Lewisa)
   - pojęcie pH i pOH, iloczyn jonowy wody, skala pH.
   - Hydroliza – definicja, rodzaje, stała i stopień hydrolizy,
   - roztwory buforowe, mechanizm działania prostych buforów, pojemność buforowa.
4. Krzywe miareczkowania alkacymetrycznego. Analiza przebiegu krzywej miareczkowania:
   - mocnego kwasu – mocną zasadą
   - mocnej zasady – mocnym kwasem
   - słabej zasady – mocnym kwasem
   - słabego kwasu – mocną zasadą
   - kwasu wieloprotonowego
   - obliczanie pH w poszczególnych punktach krzywej miareczkowania
   - obliczanie skoku na krzywej miareczkowania
5. Miareczkowanie w środowisku niewodnym (zalety i wady).
6. Wskaźniki barwne w oznaczeniach alkacymetrycznych
   - mechanizm działania wskaźników (teorie Ostwalda, Hantzscha i Schäfera)
   - kryteria doboru wskaźnika w oznaczeniu alkacymetrycznym
   - najczęściej stosowane wskaźniki alkacymetryczne: oranż metylowy, błękit bromotymolowy, fenoloftaleina, czerwień metylowa (zakres zmiany pH, barwy skrajne)
7. Przykładowe oznaczenia alkacymetryczne:
   - przygotowanie roztworów mianowanych, nastawianie miana (HCl, NaOH)
   - oznaczanie CH_3COOH
   - oznaczanie kwasu acetylosalicylowego
   - oznaczanie amoniaku metody Kjeldahla, Parnasa (po wstępnej mineralizacji), oznaczanie amoniaku metodą formaldehydową
   - oznaczanie węglanów obok ługów oraz węglanów obojętnych obok kwaśnych.
8. Obliczanie wyników analiz. Zadania rachunkowe, obliczanie pH.

Potencjometria

1. Podział elektrod stosowanych w pomiarach potencjometrycznych:
   - elektrody pierwszego, drugiego i trzeciego rodzaju
   - elektrody wskaźnikowe i porównawcze (elektroda wodorowa, antymonowa, chinhydronowa, chlorkosrebrowa, kalomelowa)
2. Wzór Nernsta. Wyznaczanie stężenia substancji na podstawie pomiarów potencjometrycznych.
3. Typy miareczkowań potencjometrycznych:
   - metoda klasyczna
   - miareczkowanie do punktu zerowego
   - miareczkowanie z dwumetalicznym układem elektrod
   - miareczkowanie z dwiema obojętnymi elektrodami polaryzowanymi
4. Metody wyznaczania punktu końcowego w miareczkowaniu potencjometrycznym metodą klasyczną.
5. Elektroda szklana. Budowa, zastosowanie. Błąd kwasowy, błąd sodowy, potencjał asymetrii.
6. Zadania rachunkowe. Obliczanie SEM, zastosowanie metody Hahna, obliczanie wyniku analizy.

Kompleksometria

1. Kompleksy proste i chelatowe
2. Teoria Wernera - wartościowość główna, wartościowość poboczna
3. Podział kompleksów
4. Budowa kompleksów chelatowych na przykładzie kompleksów metali II, III i IV wartościowych z EDTA
5. Stale trwałości i nietrwałości kompleksów
6. Teoretyczne podstawy miareczkowania kompleksometrycznego:
   - krzywa miareczkowania kompleksometrycznego,
   - maskowanie i demaskowanie w kompleksometrii.
7. Sposoby wyznaczania pR w kompleksometrii:
   - metalowskaźniki – zasada działania, przykłady
   - wskaźniki redoks – zasada działania, przykłady
8. Typy miareczkowań kompleksometrycznych: bezpośrednie, pośrednie, odwrotne, podstawieniowe.
9. Kompleksony – rodzaje i zastosowanie w analizie chemicznej.
10. EDTA jako odczynnik analityczny, właściwości, zastosowanie
11. Rodzaje twardości wody, zmiękczanie wody, stopnie twardości.
12. OznaczanieMg^{2+}, Ca^{2+}, Cd^{2+}, Zn^{2+}, Al^{3+}, twardości wody.
13. Obliczanie wyników analizy. Przeliczanie jednostek twardości wody.

Redoksymetria/manganometria

1. Potencjały redoks (normalny, formalny), czynniki wpływające na ich zmianę.
2. Odwracalność reakcji redoks
3. Zahamowane; indukowane reakcje redoks
4. Przewidywanie kierunku reakcji redox
5. Wpływ pH, reakcji kompleksowania, wytrącania na przebieg reakcji redox
6. Amfoteryczne substancje redoks (przykłady, reakcje)
7. Wskaźniki redox: specyficzne, niespecyficzne – zasada doboru
8. Krzywe miareczkowania redox: wzory, obliczanie
9. Przygotowanie, mianowanie, właściwości roztworu $KMnO_4$
10. Oznaczanie: Fe^{3+} Mn^{2+} Ca^{2+}, H_2O_2
11. Bilansowanie reakcji redox. Obliczanie wyników analiz.

Redoksymetria/Jodometria

1. Typy miareczkowań jodometrycznych:
   - miareczkowanie bezpośrednie (miareczkowanie roztworem jodu)
   - miareczkowanie pośrednie (miareczkowanie roztworem $Na_2S_2O_3$)
2. Warunki miareczkowań jodometrycznych
3. Przygotowanie, mianowanie, właściwości roztworu jodu
4. Przygotowanie, mianowanie, właściwości roztworu $Na_2S_2O_3$
5. Skrobia jako wskaźnik w jodometrii
6. Oznaczenia: Cu^{2+}, As^{3+}, H_2O_2, aldehydów, kwasu askorbinowego
7. Podstawowe wiadomości o innych metodach redoks: bromianometria, cerometria, chromianometria, tytanometria
8. Bilansowanie reakcji redox. Obliczanie wyników analiz.

Analiza strąceniowa objętościowa

1. Iloczyn rozpuszczalności, kolejność wytracania osadów
2. Argentometria i inne metody strąceniowe, merkurometria.
3. Krzywe miareczkowania strąceniowego. Analiza krzywych.
4. Wskaźniki w analizie strąceniowej. Zasada działania wskaźników adsorpcyjnych.
5. Oznaczanie: Cl^- (metoda Mohra, Volharda, Fajansa), Br^-, I^-, CN^-, Zn^{2+}, oznaczanie chlorków w mydłach
6. Obliczanie kolejności wytrącania osadów. Obliczanie wyników analiz.

Spektrofotometria

1. Absorpcja promieniowania a struktura cząsteczki. Grupy chromoforowe, aukschromowe. Efekt batochromowy.
2. Prawa absorpcji. Prawa Lamberta - Beera. Przyczyny odstępstw od praw absorpcji (chemiczne i instrumentalne).
3. Metody oznaczeń spektrofotometrycznych. Metoda krzywej wzorcowej. Spektrofotometria różnicowa. Miareczkowanie spektrofotometryczne.
4. Wielkości charakteryzujące czułość metod spektrofotometrycznych (molowy współczynnik absorpcji, absorpcja właściwa).
5. Aparatura stosowana w pomiarach spektrofotometrycznych. Schemat blokowy najprostszego spektrofotometru absorpcyjnego wraz z opisem funkcji poszczególnych elementów układu. Źródła promieniowania. Monochromatory:
   - filtry (podział i charakterystyka filtrów, selektywność filtru),
   - pryzmaty (zdolność rozdzielcza),
   - siatka dyfrakcyjna (zdolność rozdzielcza siatki).
6. Detekcja promieniowania: detekcja z użyciem detektorów wykorzystujących zewnętrzne zjawiska fotoelektryczne (fotokomórki, fotopowielacze).
7. Wykorzystanie spektrofotometrii absorpcyjnej w analityce:
   - Spektrofotometryczne oznaczanie żelaza w postaci kompleksów z o-fenantroliną
   - Spektrofotometryczne oznaczanie chemicznych dodatków do żywności (E338) w napojach bezalkoholowych
7. Obliczenia rachunkowe dotyczące praw absorpcji. Obliczanie wyników analiz przeprowadzanych różnymi technikami.

PROPONOWANA LITERATURA:

1. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna. 1. Podstawy teoretyczne i analiza jakościowa, PWN, Warszawa 2001
2. J. Minczewski, Z. Marczenko, Chemia analityczna. 2. Chemiczne metody analizy ilościowej, PWN, Warszawa 2004
3. Praca zbiorowa pod red. R. Kocjana - Chemia analityczna, T1, Analiza jakościowa. Analiza ilościowa klasyczna, PZWL, Warszawa 2000
4. Praca zbiorowa pod red. A. Persony - Chemia analityczna – Podstawy klasycznej analizy ilościowej, Wydawnictwo Medyk, Warszawa 2007
5. Z. S. Szmal, T. Lipiec, Chemia analityczna z elementami analizy instrumentalnej, PZWL, Warszawa 1995
6. A. Cygański, Chemiczne metody analizy ilościowej, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1999
7. Z. Galus, Ćwiczenia rachunkowe z chemii analitycznej, PWN, Warszawa 1996
8. A. Cygański, B. Ptaszyński, J. Krystek - Obliczenia w chemii analitycznej, WNT, Warszawa 2000
9. M. Wesołowski, K. Szefer, D. Zimna - Zbiór zadań z analizy chemicznej, WNT, Warszawa 2002

Literatura dodatkowa do Potencjometrii:

1. W. Szczepaniak - Metody instrumentalne w analizie chemicznej, PWN, Warszawa 1996
2. M. Jarosz, E. Malinowska - Pracownia chemiczna. Analiza Instrumentalna, WSiP, Warszawa 1994

Literatura dodatkowo do Kompleksometrii:

1. F. J. Welcher, Analityczne zastosowanie kwasu wersenowego, WNT Warszawa 1963
2. W. Brzyska - Wstęp do chemii koordynacyjnej, Wydawnictwo UMCS, Lublin 1996