

Analytická chemie

MC230P35

Katedra analytické chemie
Přírodovědecká fakulta
Univerzita Karlova

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Studijní literatura k prostudování

skripta

F. Opekar, I. Jelínek, P. Rychlovský, Z. Plzák
"Základní analytická chemie"
UK – Nakladatelství Karolinum, Praha 2002

P. Coufal, Z. Bosáková, R. Čabala, J. Suchánková, L. Feltl
"Seminář z analytické chemie – teorie, příklady, cvičení"
UK – Nakladatelství Karolinum, Praha 2003 a 2007

návody

"Základní praktika z analytické chemie"

www.natur.cuni.cz/analchem

www.natur.cuni.cz/~pcoufal

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Literatura

Studijní literatura k doplnění

skripta

V. Simon, J. Doležal
"Chemická analýza kvalitativní"
Univerzita Karlova, Praha 1989

A. Berka, L. Feltl, I. Němec
"Příručka k praktiku z kvantitativní analytické chemie"
Univerzita Karlova, Praha 1982

kniha

A. Berka, L. Feltl, I. Němec
"Příručka k praktiku z analytické chemie"
SNTL-Nakladatelství technické literatury, Praha 1985

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Literatura

<http://www.natur.cuni.cz/~pcoufal>



Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Studijní podklady

Chemie

je přírodní věda

Chemie je vědní disciplína o molekulách, jejich struktuře a jejich vzájemných reakcích.

Analytická chemie je vědní obor zabývající se zkoumáním chemického složení látek. Využívá k tomu poznatky ostatních chemických oborů, fyziky a dalších vědních oborů.

Jejím základním úkolem je určení kvalitativního a kvantitativního složení látek.

Chemická analýza je činnost vedoucí ke zjištění přítomnosti a množství chemických látek.

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Analytická chemie

Odpovídá na otázky

Jaké látky se nacházejí ve vzorku?

Jaké je zastoupení těchto látek ve vzorku?

Zjišťuje tedy

kvalitativní složení vzorku (tj. **druh** látek) a

kvantitativní složení vzorku (tj. **množství** látek).

Kvalitativní analýza: **důkaz, identifikace**

Kvantitativní analýza: **stanovení**

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Klasická a instrumentální analytická chemie

Klasická analytická chemie (subjektivní metody)
analytická chemie na mokré cestě
roztoková analytická chemie
sraženiny, komplexy, barevné sloučeniny, gravimetrie a volumetrie

Instrumentální analytická chemie (objektivní metody)
separační (dělící) metody
extrakce, kapalinová a plynová chromatografie, elektroforéza
spektrometrické metody
absorpční a emisní spektrometrie, hmotnostní spektrometrie
elektrochemické metody
potenciometrie, polarografie, voltametrie, coulometrie

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Základní pojmy

Vzorek je část analyzovaného materiálu reprezentující svým složením a vlastnostmi analyzovaný materiál jako celek.

Analyt je látka, která nás ve vzorku zajímá.

Matrice je vše ostatní, co se ve vzorku kromě analytu ještě nachází.

Důkaz je proces vedoucí ke zjištění přítomnosti či nepřítomnosti analytu ve vzorku.

Identifikace je postup vedoucí ke zjištění chemických individuí ve vzorku.

Stanovení je proces vedoucí ke zjištění obsahu analytu ve vzorku.

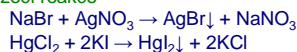
Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

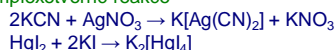
Úvod do analytické chemie

Druhy reakcí v analytické chemii

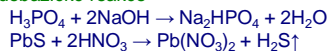
1. srážecí reakce



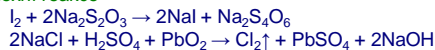
2. komplexotvorné reakce



3. acidobazické reakce



4. redoxní reakce



Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Vyjádřování koncentrace

Látková koncentrace (molární koncentrace)

vyjadřuje počet molů látky v jednom litru roztoku.

$$c_a = n_a/V_r \quad n_a = m_a/MH_a$$

Hmotnostní zlomek nebo objemový zlomek

vyjadřuje hmotnostní či objemový podíl analytu z celého vzorku.

$$w_b = m_b/m_v \quad \varphi_d = V_d/V_v$$

Procentuální zastoupení

je hmotnostní či objemový zlomek vyjádřený v procentech.

$$p_b = w_b \cdot 100\% \quad p_d = \varphi_d \cdot 100\%$$

ppm, ppb, ppt (parts per million, parts per billion, parts per trillion)

1 ppm = 1 mg/kg 1 ppb = 1 µg/kg 1 ppt = 1 ng/kg

1 ppm = 1 · 10⁻⁴ %

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Velikost vzorku a zastoupení analytů

Podle velikosti vzorku a podílu analytu ve vzorku lze analytické metody klasifikovat na

makroanalytické metody	> 100 mg	> 100 µL
semimikroanalytické metody	10 – 100 mg	50 – 100 µL
mikroanalytické metody	1 – 10 mg	< 50 µL
ultramikroanalytické metody	< 1 mg	

makrosložka vzorku (hlavní složka) 1 – 100 %
mikrosložka vzorku (vedlejší složka) 0,01 – 1 %

stopová analýza < 0,01 % (< 100 ppm)
ultrastopová analýza < 0,0001 % (< 1 ppm)

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Proces analýzy

1. definování analytického problému
2. odebrání vzorku k analýze (vzorkování)
3. úprava vzorku před analýzou (např. homogenizace, rozklad)
4. separace a prekoncentrace analytů (např. extrakce)
5. vlastní měření (např. titrace)
6. vyhodnocení analýzy a vyjádření výsledků (statistika)
co?
kolik?
7. odůvodnění a doporučení vyplývající ze získaných dat
proč?
jak?

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

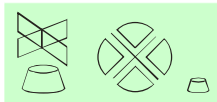
Úvod do analytické chemie

Vzorkování

Odebraný vzorek musí být **reprezentativní**, **správně uchovávan** a **přesně zadokumentován**.

Pevné látky

vysoká heterogenita
postupné drcení a dělení kvartací

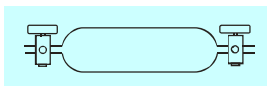


Kapaliny

stálost vzorku – konzervace (např. chladem)

Plyny

stálost vzorku,
dobře těsnící vzorkovnice



Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Úprava vzorku před analýzou

analytické metody:

nedestruktivní – analýza neupraveného vzorku (aktivační analýza, rentgenová spektrometrie, jaderná magnetická rezonanční spektrometrie)

destruktivní – rozklad vzorku a převedení analytů do roztoku

1. rozpouštění vzorku ve vodě
2. rozklad vzorku silnými anorganickými kyselinami
HCl, HNO₃, HCl + HNO₃ (3:1)
3. rozklad vzorku tavením
Na₂CO₃ + K₂CO₃ (1:1), Na₂CO₃ s Na₂O₂, KHSO₄
4. mineralizace biologických vzorků na mokré či suché cestě kyselinami za zvýšené teploty a tlaku (mokrý cesta)
oxidační (v O₂) nebo redukční (v H₂) pyrolýza (suchá cesta)

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie

Maskování, prekoncentrace a separace

Ve vzorku se nacházejí **analyty s matricí**.

Interferent poskytuje odezvu nerozlišitelnou od analytu.

Maskování či **separaci** lze eliminovat vliv interferentů.

Maskování je chemický proces:



Prekoncentrace je nakoncentrování analytu z velkého objemu vzorku separačními metodami:

např. prekoncentrace Fe³⁺ na pevné fázi

Separace vede k fyzickému oddělení analytu či analytů od matrice vzorku a ostatních analytů včetně interferentů:

např. extrakce PCB z vody hexanem v dělicí nálevce

Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

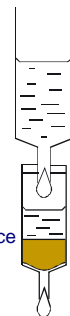
Úvod do analytické chemie

Extrakce

Umožňuje **prekoncentraci** analytů ze vzorku do extrakčního činidla a **separaci** analytů od matrice vzorku s interferenty.

Je založena na kontaktu dvou oddělených nemísitelných fází.

1. **extrakce plynem** neboli L-G extrakce
headspace analýza
2. **extrakce z kapaliny do kapaliny** neboli L-L extrakce
dělicí nálevka
3. **extrakce pevných látek kapalinou** neboli S-L extrakce
Soxhletův extraktor
4. **extrakce pevnou fází** neboli L-S extrakce čili SPE
extrakční kolonka, extrakce na iontoměničích



Analytická chemie

9.7.2004 © Pavel Coufal

Úvod do analytické chemie