



Fakulta rybářství
a ochrany vod
Faculty of Fisheries
and Protection
of Waters

Jihočeská univerzita
v Českých Budějovicích
University of South Bohemia
in České Budějovice
Czech Republic

ZÁKLADY ANALYTICKÉ CHEMIE

Úvod, základní pojmy, proces analýzy





Základní pojmy

Analytická chemie

- Vědní obor, zabývající se poskytováním informací o chemickém složení hmotných objektů
- Využívá poznatků z obecné, anorganické i organické chemie, fyziky a matematiky, příp. dalších oborů
- Zabývá se:
 - Hledáním nových metod zjišťování přítomnosti a množství látek
 - Studium obecných zákonitostí chemických reakcí a dalších interakcí, které k tomu lze využít
 - Metodami zpracování experimentálních dat



Základní pojmy

Chemická analýza

- Činnost vedoucí k zjišťování přítomnosti nebo množství chem. látek

Vzorek

- Část analytického materiálu vybraná tak, aby reprezentovala svým složením a vlastnostmi analyzovaný materiál jako celek

Analyt

- Látka, jejíž přítomnost nebo množství zjišťujeme

Matrice vzorku

- Látky přítomné s analytem ve vzorku

Důkaz

- Proces vedoucí ke zjištění přítomnosti nebo nepřítomnosti analytu ve vzorku



Základní pojmy

Identifikace

- Postup vedoucí ke zjištění přítomnosti molekul (chemických individuí) ve vzorku
- Důkaz i identifikace se týká kvalitatívního složení vzorku

Stanovení

- Proces vedoucí ke zjištění obsahu analytu ve vzorku – týká se kvantitativního složení vzorku

Charakterizace

- Suma informací získaných kvalitativní a kvantitativní analýzou společně s informacemi popisujícími další vlastnosti vzorku (např. distribuce analytu ve vzorku, toxicita)



Procesy získávání analytických informací

Subjektivní metody

- Vlastní smyslové pozorování: barva, zápach, lesk, struktura, chuť; místo, kde se materiál nachází, další okolnosti
- Smyslové vnímání jiných organismů: pes (drogy), kanár v kleci (CO), atd.

Objektivní metody

- Využití přístrojů snímajících a měřících určitou vlastnost analyzovaného vzorku, která se mění s přítomností či koncentrací analytu



Procesy získávání analytických informací

Stimulované získávání informací

- Přímým způsobem (bez stimulace) lze získat velice málo informací – např. subjektivním pozorováním, ponořením elektrody (pH)
- Ve většině případů je potřeba na vzorek nějak působit, vyvolávat interakci – přidavkem činidla, průchodem el. proudu, ozářením určitým zářením atd.
- Přítomnost odezvy na určitou interakci je údajem kvalitativním, velikost této odezvy je údajem kvantitativním



Klasifikace analytických metod podle vzorku

Rozdělení dle velikosti vzorku

Metoda	Hmotnost vzorku	Objem vzorku
Makro- (gramová)	> 100 mg	> 100 µl
Semimikro- (centigramová)	10 – 100 mg	50 – 100 µl
Mikro- (miligramová)	1 – 10 mg	< 50 µl
Ultramikro- (mikrogramová)	< 1 mg	

Rozdělení dle podílu analytu ve vzorku

Složka	Podíl ve vzorku
Makro – hlavní	1 – 100%
Makro – vedlejší	0,01 – 1%
Stopová	< 0,01%
Ultrastopová	< 0,0001%



Proces analýzy

- **Zadání úkolu / definování problému**
- **Výběr metody, postupu**
- **Vzorkování**
- **Úprava vzorku před analýzou**
- **Separační a koncentrační kroky**
- **Vlastní měření (kvalitativní/kvantitativní) + kalibrace**
- **Výpočet výsledků + statistická analýza**
- **Protokol o výsledcích analýzy**
- **(Porovnání výsledků se zadáním / závěry)**



Definování analytického problému

- Jaká je požadovaná informace (důkaz, stanovení, identifikace, charakterizace atd.)?
- Jaký je charakter analyzovaného materiálu (vzorek anorganický, organický, jeho skupenství, stálost časová, stálost na vzduchu, je nebezpečný, toxický atd.)?
- Kolik analyzovaného materiálu je k dispozici a jaký je v něm předpokládaný obsah analytu (volba makro- či mikro-metody, možnost přímé analýzy nebo nutnost nakoncentrování atd.)?
- Jaký je charakter matrice (přítomnost interferujících látek vede k nutnosti separace či maskování atd.)?
- Kolik vzorků má být analyzováno (manuální analýza, automatizace atd.)?
- Jaké jsou požadavky na rychlost analýzy (není-li možné provést analýzu v daném čase, jak vzorek uchovávat?)?
- Jaké je vybavení laboratoře (nutnost kooperace, servis atd.)?
- Finanční zajištění?



Odběr vzorku

Obečné principy:

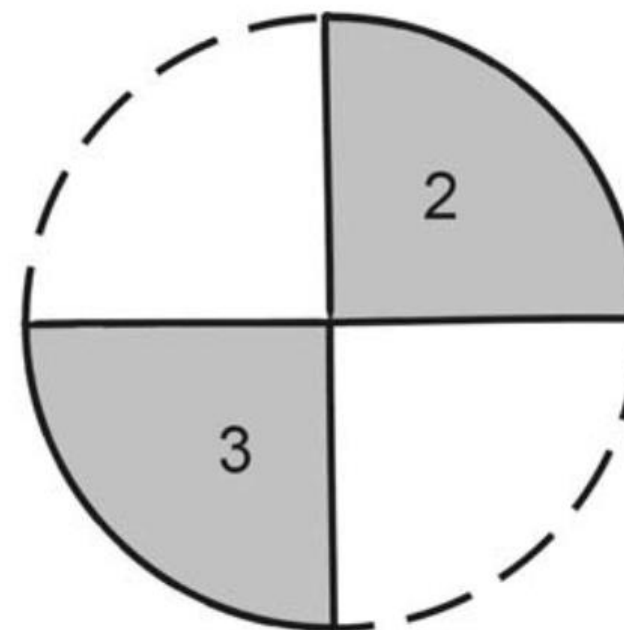
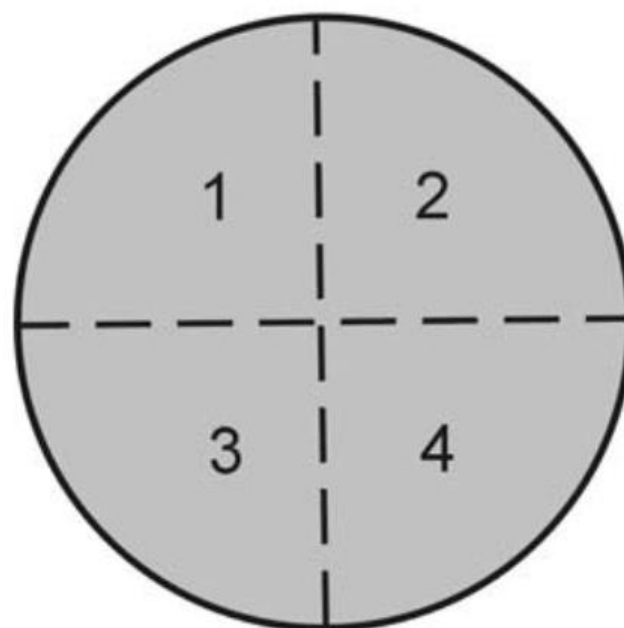
- Vzorek musí být reprezentativní
- Vzorek musí být uchováván tak, aby se jeho složení před analýzou nezměnilo
- Množství odebraného materiálu závisí na heterogenitě materiálu a na obsahu analytu
- Při vzorkování látek s časově proměnným složením musí být zvolena vhodná frekvence vzorkování
- O vzorku musí být vedena přesná dokumentace



Odběr vzorku

Vzorkování tuhých látek:

- Problémem je heterogenita tuhých vzorků (nerovnoměrné rozložení analytu, různě velké kusy materiálu atd.) x stálost obvykle menším problémem
- Čím heterogenější materiál, tím větší vzorek nutno odebrat
- Odebraný materiál se postupně drtí a dělí kvartací (nebo mechanickými děličkami)





Odběr vzorku

Vzorkování kapalin:

- Hlavním problémem obvykle stálost vzorku
- Způsob odběru a úprava vzorku závisí na analýze
 - Řada analýz musí být provedena ihned po odběru (pH, rozpuštěné plyny)
 - Často nutná konzervace vzorku (např. chladem, přidavkem činidel)

Vzorkování plynných látek

- Hlavním problémem obvykle stálost vzorku
- Zvláštnost - vzorek obvykle nevidíme, nutnost používat speciálních uzavíratelných nádob
- Dynamická metoda vzorkování
 - Při sledování stopových koncentrací
 - Analyzovaný vzduch prochází potřebnou dobu odběrovým zařízením, kde je adsorbován na vhodném adsorbentu



Uchovávání vzorků

- Popis
- Vhodný obal
- Vhodné podmínky uchovávání
- **Faktory, které mohou způsobit znehodnocení vzorku:**
 - Teplota (vysušení, degradace)
 - Vlhkost (absorpce vody)
 - Světlo/záření (fotodegradace)
 - Oxidace vzdušným kyslíkem
 - Bakteriální degradace



Úprava vzorku před analýzou

Dělení analytických metod podle způsobu, jakým je vzorek před analýzou upravován:

- **Destruktivní metody** – vzorek před analýzou je zcela rozložen a analyt převeden do roztoku v němž je stanoven
- **Nedestruktivní metody** – analyzován přímo neupravený vzorek



Úprava vzorku před analýzou

- Filtrování
- Centrifugace
- Odpařování
- Rozpouštění bez chemických změn – ve vodě, v organických rozpouštědlech
- Rozpouštění s chemickými změnami – v kyselinách, zásadách
- Rozpouštění za zvýšeného tlaku
- Tavení – kyselé, alkalické, oxidační
- Sintrace (slinování)
- Mineralizace – k destrukci organické matrice a k převodu analytu na jednoduché anorganické sloučeniny



Vyjadřování koncentrace

Hmotnostní koncentrace

- Označovaná symbolem ρ
- Vyjadřuje hmotnost látky, která je obsažená v jednotce objemu (obvykle 1 litr)

$$\rho_A = \frac{m_A}{V_R} \quad [\text{g.l}^{-1}]$$

- Úskalí:
 - Koncentrace jedné sloučeniny složené z několika prvků lze vyjádřit několika způsoby

konc. dusičnanového aniontu - NO_3^-

vs.

konc. dusičnanového dusíku - N-NO_3^-



Vyjadřování koncentrace

Hmotnostní koncentrace vs. hustota

- Hustota označována rovněž symbolem ρ
- Vyjadřuje hmotnost jednotkového objemu látky

$$\rho_L = \frac{m_L}{V_L} \quad [\text{kg.l}^{-1}; \text{kg.m}^{-3}; \text{g.cm}^{-3}]$$

- Čím má látka větší hustotu, tím má při stejném objemu větší hmotnost (je těžší)

Příklady hustot látek

Látka	Hustota [g.cm ⁻³]
Vodík H ₂	0,09.10 ⁻³
Kyslík O ₂	1,43.10 ⁻³
Voda H ₂ O	1
Železo Fe	7,86
Rtuť Hg	13,50



Vyjadřování koncentrace

Hmotnostní zlomek

- Označovaná symbolem w
- Podíl hmotnosti látky a celkové hmotnosti směsi, ve které je látka A obsažena

$$w_A = \frac{m_A}{m_R} \quad [\text{bezrozměrné číslo}]$$

- Po vynásobení hmotnostního zlomku číslem 100 získáme koncentraci látky A v hmotnostních procentech [%_{hm.}].

$$\%_{\text{hm.}} = w_A \cdot 100 \quad [\%]$$

Objemový zlomek

- Označovaná symbolem φ

$$\varphi_A = \frac{V_A}{V_R} \quad [\text{bezrozměrné číslo}]$$

- Po vynásobení číslem 100 získáme koncentraci v objemových procentech [%_{obj.}]

$$\%_{\text{obj.}} = \varphi_A \cdot 100 \quad [\%]$$



Vyjadřování koncentrace

Jednotky uváděné v anglosaské literatuře:

- **ppm** (parts per million) a **ppb** (parts per billion), znamenají hmotnostní nebo objemový poměr látky v roztoku či ve směsi $1 : 10^6$, resp. $1 : 10^9$.
- Tyto „jednotky“ v podstatě nahrazují jednoznačné zápisy v mg.kg^{-1} (ml.m^{-3}), resp. $\mu\text{g.kg}^{-1}$ ($\mu\text{l.m}^{-3}$);
- Za předpokladu, že hustota vody je přibližně 1 kg.l^{-1} , pak:
 $1 \text{ ppm} \cong 1 \text{ mg.l}^{-1}$
 $1 \text{ ppb} \cong 1 \mu\text{g.l}^{-1}$



Vyjadřování koncentrace

Látková koncentrace

- Označovaná symbolem c
- Vyjadřuje látkové množství n v molech látky v jednotkovém objemu (obvykle 1 litr)

$$c_A = \frac{n_A}{V_R} \quad [\text{mol.l}^{-1}]$$

- **Látkové množství (n) [mol]**
 - Jeden mol látky obsahuje tolik elementárních částic (molekul, atomů či iontů), kolik je atomů uhlíku ve 12 g nuklidu $_{12}\text{C}$. **Počet částic** (molekul, atomů či iontů) připadajících na látkové množství 1 mol je **$6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ (= Avogadrova konstanta)**
 - **Mol látky** je charakterizován **molární hmotností M [g.mol $^{-1}$]**

$$n_A = \frac{m_A}{M_A} \quad [\text{mol}]$$

$$c_A = \frac{m_A}{M_A \cdot V_R} \quad c_A = \frac{\rho_A}{M_A}$$



Použitá literatura

Opekar, F., Jelínek, I., Rychlovský, P., Plzák, Z., 2010. Základní analytická chemie, UK-Karolinum, Praha.