

PRINCÍPY A VYUŽITIE METÓD ANALYTICKEJ CHÉMIE

Osnova prednášky

- 1. Predmet a základné pojmy analytickej chémie**
- 2. Vážková analýza**
- 3. Odmerná analýza**
- 4. Kontrolné otázky**

1. Predmet a základné pojmy analytickej chémie

- **Analytická chémia** sa zaoberá interakciou medzi skúmadlom a vzorkou s cieľom využiť získaný signál na identifikáciu a stanovenie zložiek v skúmanej látke a na jej charakterizáciu.
- **kvalitatívna analýza** - zisťuje, aké prvky alebo zlúčeniny obsahuje skúmaná látka
- **kvantitatívna analýza** - stanovenie množstva prvku alebo zlúčeniny v skúmanej látke, resp. vzájomný pomer prítomných zložiek v sústave
- **štruktúrnou analýzou** sa určuje konštitúcia, konfigurácia a konformácia látky

2. VÁŽKOVÁ ANALÝZA

- **Princíp:** stanovovaná zložka vzorky vyzráža vo forme málo rozpustnej zlúčeniny, ktorá sa vhodným postupom premení na reakčný produkt, ktorého zloženie je známe a dobre definované
- **Postup:**
 - a) **Zrážanie**
 - b) **Filtrácia**
 - c) **Premývanie zrazenín** (dekantácia, na filtri)
 - d) **Spracovanie zrazenín** (sušenie, žíhanie),
sušenie - do *konštantnej hmotnosti*
- **Technika:** kadičky, lieviky, filtre, sušiareň, váhy

- **Vyhodnotenie výsledkov:**

kvantita – výpočty

- Pri stanovení zložky **A** vo vzorke s hmotnosťou **m(vz)** sa vyvážilo **m(A_xB_y)** gramov zlúčeniny A_xB_y
- Obsah zložky **A** vo vzorke (v hmotnostných percentách) je:

$$w(A) = \frac{x \cdot M(A)}{M(A_x B_y)} \cdot \frac{m(A_x B_y)}{m(vz)} \cdot 100 \text{ (\%)}$$

Využitie vážkovej analýzy

Ión	Zrážadlo	Zrážaná forma	Teplota sušenia (žíhania)	Vážená forma
Ag ⁺	HCl	AgCl	130 °C	AgCl
Ba ²⁺	H ₂ SO ₄	BaSO ₄	700 °C	BaSO ₄
Fe ³⁺	NH ₄ OH	Fe(OH) ₃	1000 °C	Fe ₂ O ₃
Hg ²⁺	H ₂ S	HgS	110 °C	HgS
Pb ²⁺	K ₂ Cr ₂ O ₇	PbCrO ₄	140 °C	PbCrO ₄
Cl ⁻	AgNO ₃	AgCl	130 °C	AgCl
SO ₄ ²⁻	BaCl ₂	BaSO ₄	700 °C	BaSO ₄ ⁶

Ďalšie možnosti využitia

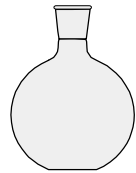
- Stanovenie sušiny
- Stanovenie hlavných zložiek dreva (celulóza, lignín, hemicelulózy)
- Stanovenie extraktívnych látok
- Stanovenie popola

3. ODMERNÁ ANALÝZA

- **Princíp:** k analyzovanej látke sa pridáva roztok činidla so *známou koncentráciou* v takom množstve, aby chemická reakcia medzi stanovovanou látkou a činidlom prebehla kvantitatívne (**titrácia**)
- **bod ekvivalencie**
- **odmerný roztok**
- **indikátor**
- **indikácia** bodu ekvivalencie
 - vizuálne
 - objektívne

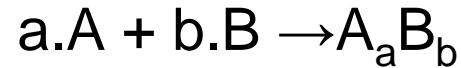
- TYPY ODMERNEJ ANALÝZY:
 - a) **neutralizačné titrácie** (acidobázické), založené na protolytických reakciách kyselín a zásad,
 - b) **komplexometrické titrácie**, založené na tvorbe stabilných, málo disociovaných rozpustných komplexov,
 - c) **zrážacie titrácie**, založené na tvorbe málo rozpustného produktu,
 - d) **oxidačno-redukčné titrácie**, založené na oxidačno-redukčných reakciách.

Postup: příprava odměrného roztoku, titrácia
Technika: byreta, titračná banka



Vyhodnotenie výsledkov:

Priebeh reakcie pri stanovovaní látky **A** odmerným roztokom **B**:



a je počet mólov (látkové množstvo) stanovovanej látky **A**, **b** je počet mólov odmerného činidla **B**.

Pre faktor titrácie platí:

$$f_t = \frac{a}{b} = \frac{n_A}{n_B} \Rightarrow n_A = f_t \cdot n_B$$

Hmotnosť stanovovanej látky vypočítame:

$$m_A = n_A \cdot M_A$$

Úpravami predchádzajúcich vzťahov dostávame výraz pre výpočet množstva stanovovanej látky:

$$m_A = f_t \cdot n_B \cdot M_A$$

Z definície molarity vyplýva:

$$c = n/V$$

úpravami dostávame vzťah

$$m_A = f_t \cdot c_B \cdot V_B \cdot M_A$$

kde **V** je spotreba odmerného roztoku vyjadrená v litroch.

Využitie odmernej analýzy

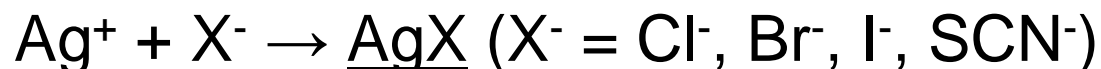
Acidobázické titrácie:

- a) **acidimetria** - stanovenie silných zásad, uhličitanov a hydrogénuhličitanov, stanovenie dusíka v amónnych soliach a v dusičnanoch;
- b) **alkalimetria** - stanovenie silných aj slabých kyselín, stanovenie kyseliny boritej, uhličitej, siričitej, kremičitej, stanovenie aminokyselín, stanovenie vyšších mastných kyselín (tzv. číslo kyslosti pri tukoch).

Komplexometrické titrácie:

cca 50 katiónov v rozmedzí pH = 0 - 13.

Zrážacie titrácie:



Oxidačno-redukčné titrácie:

napr. Cl_2 , Br_2 , I_2 , ClO^- , BrO^- , BrO_3^- , IO_3^- , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$, MnO_4^- ,
 H_2O_2 , Fe^{3+} , $\text{Fe}[\text{CN}]_6^{3-}$, Cu^{2+}

Využitie odmernej analýzy v chémii dreva

Stanovenie:

- vlhkosti podľa Fishera
- prvkov v popole
- redukujúcich látok
- pentózanov
- funkčných skupín

4. Kontrolné otázky

1. Vysvetlite pojem analytická chémia a rozdiely medzi kvalitatívnou, kvantitatívnou a štruktúrnou analýzou.
2. Princíp a postup vážkovej analýzy.
3. Vyhodnotenie výsledkov a využitie vážkovej analýzy.
4. Princíp a postup odmernej analýzy.
5. Vyhodnotenie výsledkov a využitie odmernej analýzy.