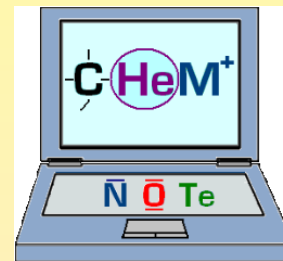


Analytická chemie – a/b

Pavel Matějka

Pavel.Matejka@vscht.cz

K08, N01



Evropský sociální fond

Praha & EU: Investujeme do vaší budoucnosti

Analytická chemie – a/b

Pavel Matějka

Pavel.Matejka@vscht.cz

K08, N01

skripta - Analytická chemie I a II (Volka a kol.)

starší učebnice - Analytická chemie (Holzbecher a kol.)

- Analytická příručka (Zýka a kol.)

anglické učebnice - Analytical Chemistry

Analytické tabulky Sbírký příkladů

[Internetové zdroje](#)

Analytická chemie - a

- 1) Základní pojmy a definice - terminologie**
- 2) Rovnováhy v roztocích a jejich význam v analytické chemii**
 - acidobazické, komplexotvorné, redoxní**
 - srážecí**
- 3) Chemická kvalitativní analýza - prvková a molekulová**
 - anorganické a organické analyty**

Analytická chemie - a

- 4) Chemická analýza kvantitativní – gravimetrie a odměrná analýza**
- 5) Elektrochemické metody – základní pojmy, statické metody, dynamické metody**
- 6) Separační metody**
- 7) Základy spektrální analýzy**

Analytická chemie - b

8) Spektrometrické metody včetně mikrospektrometrie

9) Spřažené techniky a další pokročilé metody

10) Chemické senzory a biosenzory

11) Zpracování a vyhodnocování analytických dat

12) Multivariátní metody – PCA, klasifikační, regresní

13) Odběr vzorků, příprava vzorků a postup analýzy

Přehled témat – „nanoanalytika“

1. Struktura a geometrické parametry molekul.
2. Metody strukturní analýzy – NMR, IČ, Raman.
3. Metody strukturní analýzy – MS, RTG difrakce.
4. Molekulová fluorescenční analýza (stacionární, časově rozlišená).
5. Optická konfokální mikroskopie a mikrospektroskopie.
6. Elektronová mikroskopie a RTG spektroskopie (SEM, TEM, EDX, WDX).
7. Fotoelektronová spektroskopie (XPS, UPS, Auger).
8. Metody povrchové analýzy založené na detekci iontů (SIMS).
9. Povrchová vibrační spektrometrie (SERS, SEIRA, IRRAS).
10. Mikroskopie se vzorkovací sondou (STM, AFM, TERS, nano-indentace).
11. Optická mikroskopie a spektroskopie nanoobjektů (SNOM).
12. Charakterizace koloidních disperzí (rozptyl světla, zeta-potenciál).
13. Chemické senzory a biosenzory.
14. Laboratoř na čipu.

Základní pojmy

Definice IUPAC

Analytical chemistry is a scientific discipline that develops and applies **methods**, **instruments** and **strategies** to obtain information on the composition and nature of matter in space and time, as well as on the value of these measurements, i.e., their uncertainty, validation, and/or traceability to fundamental standards.

Základní pojmy

Definice - American Chemical Society Division of Analytical Chemistry

What is Analytical Chemistry?



Analytical Chemistry seeks ever improved means of measuring the chemical composition of natural and artificial materials.

The techniques of this science are used to identify the substances which may be present in a material and to determine the exact amounts of the identified substances.

Analytical chemists work to improve **the reliability of existing techniques** to meet the demands for better chemical measurements which arise constantly in our society. They **adapt proven methodologies to new kinds of materials** or to answer new questions about their composition. They carry out research to discover **completely new principles** of measurement and are at the forefront of the utilization of major discoveries such as lasers and microchip devices for practical purposes. They make important contributions to many other fields as diverse as **forensic chemistry, archaeology, and space science.**

As the emblem above points out, analytical chemistry serves the needs of many fields.

Základní pojmy

Definice Wikipedia

Analytical chemistry is the science that seeks ever improved means of measuring the chemical composition of natural and artificial materials.

Chemical composition is the entire picture (composition) of the material at the chemical scale and includes geometric features such as **molecular morphologies** and **distributions of species** within a sample as well as single dimensional features such as **percent composition** and **species identity**.

The **analytical results** enabled by analytical chemistry have played critical roles in science from the understanding of basic science to a variety of practical applications, such as biomedical applications, environmental monitoring, quality control of industrial manufacturing and forensic science.

Základní pojmy

Definice - Karl Heinz Koch

Fresenius J Anal Chem (1992) 343 : 821 - 822

Analytical Chemistry is a **multidiscipline**, comprising various fields of **chemistry** with special understanding of **physics**, **mathematics**, **computer science**, and **engineering**; it uses chemical, physicochemical, and physical or even **biological** methods for **analytical signal production**, followed by problem and matter-related **signal processing** and **signal interpretation** in order to provide **reliable** (quality assured) **qualitative**, **quantitative** and/or **structural information** about a sample.

Základní pojmy

Definice – citace z článku Karl Heinz Koch

Fresenius J Anal Chem (1992) 343 : 821 - 822

"Analytical Chemistry is a science of chemical characterisation and measurement" (H. A. Laitinen; 1982)“

“Analytical Chemistry is the application of principles of analytical measurement to generate **information** about chemical systems or to solve chemical problems as well. Analytical Chemistry, as defined above as a multidiscipline, is from a philosophical point of view an **information science**, and from an applied pragmatic point of view **a problem solving science.**” (R. Kellner, H. Malissa; 1984)

Základní pojmy

- **VZOREK** – *pracovně „analyzovaný materiál“, o něco přesněji „reprezentant analyzovaného materiálu“*
 - celkový, laboratorní, testovací, analytický
 - **vzorkování, odběr – úprava – skladování vzorku**
- **ANALYT** – *předmět analýzy – prvek, sloučenina ... „to co se snažím identifikovat, stanovit“*
- **MATRICE** – *„zbytek vzorku kromě analytu“ (vliv na identifikaci, stanovení analytu?)*

Základní pojmy

Analytický experiment

- **princip** - fyzikální a/nebo chemický a/nebo biologický základ -
absorpce fotonů, chemická reakce
- **metoda** - přístrojová technika - *FTIR spektrometrie*
- **postup** - použití metody pro konkrétní materiál -
stanovení ropných látek v pitné vodě
- **návod** - sled pokynů pro konkrétní realizaci postupu -
podniková norma, návod ve skriptech
- **SOP** - standardní operační postupy

Analytické metody

- KVALITATIVNÍ ANALÝZA - *CO* ?
- KVANTITATIVNÍ ANALÝZA - *KOLIK* ? (*přesně*)
- SEMIKVANTITATIVNÍ ANALÝZA - *KOLIK* ? (*zhruba*)
- *doplňující otázky* - *KDE* ? - lokalizace, distribuce
V JAKÉ FORMĚ ? - strukturní aspekty

speciation analysis (in chemistry)

Analytical activities of identifying and/or measuring the quantities of one or more individual chemical species in a sample.

2004, 76, 1070

Analytické metody

- **DESTRUKTIVNÍ**

- **NEDESTRUKTIVNÍ**

- **malá či velká spotřeba vzorku**

- **on-line, in-situ, in-vivo**

- **CHEMICKÁ ANALÝZA - *reakce***

- **BIOCHEMICKÁ ANALÝZA - *enzymatické reakce***

- **FYZIKÁLNÍ ANALÝZA - *fyzikální princip***

Analytické metody

- **ANALÝZA ANORGANICKÝCH MATERIÁLŮ**
- **ANALÝZA ORGANICKÝCH MATERIÁLŮ**
- **ANALÝZA BIOLOGICKÝCH MATERIÁLŮ**
- ...

- **ANALÝZA PEVNÉ FÁZE – přímá či rozpouštění/rozklad**
- **ANALÝZA KAPALNÉ FÁZE**
- **ANALÝZA PLYNŮ**
- **ANALÝZA FÁZOVÉHO ROZHRAŇÍ - povrchy, transport**

Analytické metody

- **ELEMENTÁRNÍ (prvková, atomová) ANALÝZA**

- ***JAKÉ PRVKY ?***
- ***KOLIK PRVKU ?***
- ***V JAKÉ FORMĚ ?***

- **MOLEKULOVÁ ANALÝZA**

- ***JAKÉ MOLEKULY ?***
- ***KOLIK DANÝCH MOLEKUL ?***
- ***STRUKTURA MOLEKUL (funkční skupiny) ?***

Analytické metody - dle navážky

- **MAKROANALÝZA** - minimálně desetiny gramu
- **SEMIMIKROANALÝZA** - řádově desítky miligramů
- **MIKROANALÝZA** - řádově desetiny miligramu a miligramy
- **ULTRAMIKROANALÝZA** - pod desetinou miligramu až k nanogramům

Analytické metody

• PROCESNÍ METODY

- on-line nasazení, rychlost, nízká cena

• PROVOZNÍ METODY

- jednoduchost, rychlost, nízká cena

• KONTROLNÍ METODY

- hodnocení surovin a produktů - určování cen
- spolehlivost, rychlost, přiměřená cena

• ROZHODČÍ METODY

- arbitrážní řízení i mezinárodní
- vysoká spolehlivost, mezilaboratorní reprodukovatelnost

Typy složek vzorku

- **HLAVNÍ MAKROSLOŽKY** - majoritní - nad 1 %
- **VEDLEJŠÍ MAKROSLOŽKY** - minoritní - nad 0,01 %
- **MIKROSLOŽKY** - stopové - pod 0,01 %

Rozložení složek vzorku

- **HOMOGENNÍ**
- **NEROVNOMĚRNÉ** s ostrými hranicemi
- **NEROVNOMĚRNÉ** s difúzními hranicemi

Sled kroků při analýze

- **VOLBA ANALYTICKÉ METODY**
- **ODBĚR VZORKU, *TRANSPORT, SKLADOVÁNÍ***
- ***ÚPRAVA VZORKU***
- ***SEPARACE SLOŽEK***
- ***MASKOVÁNÍ RUŠIVÝCH SLOŽEK***
- **VLASTNÍ POZOROVÁNÍ ČI MĚŘENÍ VLASTNOSTÍ ANALYTU - v původní či upravené formě**
- **ZPRACOVÁNÍ a VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ**

Důležité pojmy kvalitativní analýzy

- **DŮKAZ** - prvky, skupiny
- **IDENTIFIKACE** - molekuly, formy analytu
- **MEZ DETEKCE** - mez postřehu, mezní zředění,
mezní poměr
- **SKUPINOVÉ** reakce (metody)
- **SELEKTIVNÍ** reakce (metody)
- **SPECIFICKÉ** reakce (metody)
- **SROVNÁVACÍ** (slepé) pokusy

Důležité pojmy kvantitativní analýzy

- **STANOVENÍ**
- **MEZ STANOVITELNOSTI** - šum - slepý pokus - výpočty nejistot
- **PRACOVNÍ ROZSAH**
- **CITLIVOST** – směrnice závislosti signálu na obsahu analytu
- **OPAKOVATELNOST**
- **REPRODUKOVATELNOST**

- **KALIBRACE**
- **VALIDACE**
 - **REGRESNÍ METODY ZPRACOVÁNÍ DAT**

Základní pojmy

signál - naměřená data

zpracování a vyhodnocování dat

-úprava dat

**- potlačení rušivých signálů, jejichž
původ lze popsat**

-potlačení šumu (náhodný charakter)

- statistické vyhodnocení

- hledání struktury dat

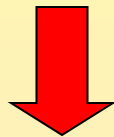
analytické výsledky

- informace

ANALYTICKÝ VÝSLEDEK

POŽADAVKY NA VÝSLEDEK

- ◆ **správný**
- ◆ **přesný**
- ◆ **opakovatelný**
- ◆ **reprodukovatelný**



POŽADAVKY - NA EXPERIMENT

(včetně odběru a přípravy vzorku)

- NA ZPRACOVÁNÍ DAT

ANALYTICKÝ VÝSLEDEK

SPOLEHLIVÝ VÝSLEDEK

- ◆ **validate** celého postupu, tj. všech kroků
- **test ROBUSTNOSTI** – odolnost vůči změnám experimentálních podmínek (např. vnější teplota, tlak, změna přístrojových parametrů)
- **VÝKONNOSTNÍ charakteristiky detekčního systému**
 - **Rozsah použitelnosti**
 - **Průběh odezvy** – např. linearita
 - **Citlivost**
 - **Stabilita**
 - **Opakovatelnost**
- **Zkoušky ve více laboratořích - reprodukovatelnost**

METODY/TECHNIKY

Metoda	Měřená vlastnost	Použití
Gravimetrie	Hmotnost čistého analytu či sloučeniny s definovanou stechiometrií	Kvantita – hlavní a vedlejší makrosložky
Odměrná analýza	Objem odměrného roztoku	Kvantita – hlavní a vedlejší makrosložky
Atomová a molekulová spektrometrie	Zářivý tok emitovaný či absorbovaný při dané vlnové délce	Kvalitativní, kvantitativní a strukturní analýza – od hlavních makrosložek až po mikrosložky
Hmotnostní spektrometrie	Hmotnost vztážená na jednotkový náboj pro ion analytu a fragmentové ionty	Kvalitativní, kvantitativní a strukturní analýza – od hlavních makrosložek až po mikrosložky
Chromatografie	Různé fyzikálně chemické vlastnosti analytů	Separace směsí - od hlavních makrosložek až po mikrosložky
Elektrochemické metody	Elektrické vlastnosti analytů v roztocích	Kvalitativní a kvantitativní analýza – od hlavních makrosložek až po mikrosložky
Radiochemická analýza	Charakteristické ionizující záření emitované analytem	Kvalitativní a kvantitativní analýza – od hlavních makrosložek až po mikrosložky

Naměřená data a jejich dimenze

- **jedna hodnota**

5,00 mg (skalární veličina - bod – jednorozměrný prostor)

- **řada dat – uspořádaná N-tice**

15,8; 27,2; 38,3 ... (vektor, N-rozměrný prostor)

- **funkční závislosti**

- **dvojice hodnot - x, y**

- **trojice hodnot - x, y, z**

- **více dimenzionální**

(matice) , tabulky, grafy