



# Inštruktážna prednáška k úlohám z analytickej chémie

---

Ing. Ivona Paveleková, CSc.

**Chemická analýza – definícia a delenie metód**  
**Odmerná analýza – protolytické odmerné metódy**

# Definícia predmetu analytickej chémie [Garaj,Bustin,Hladký]:

---

**Analytická chémia sa zaoberá interakciou medzi skúmadlom a vzorkou s cieľom využiť získaný signál na identifikáciu a stanovenie zložiek v skúmanej látke, na jej charakterizáciu**

# Chemická analýza

---

**Dej, činnosť, postup, ktorým sa skúma, zisťuje konkrétna vzorka. Jej výsledkom sú údaje o kvantitatívnom a kvalitatívnom zložení, prípadne aj o stave a štruktúre vzorky**

# Použitie analytickej chémie

---

- **hodnotenie surovín, medziproduktov, hotových výrobkov**
- **kontrola kvality výrobkov a prevádzok**
- **výskum**

# Všeobecný postup pri analýze

---

- **odoberanie vzorky (vzorkovanie)**
- **úprava vzorky do stavu, v ktorom je možné uskutočniť kvalitatívnu alebo kvantitatívnu analýzu**
- **vlastná analýza t.j. dôkaz, stanovenie, meranie**
- **spracovanie výsledkov, výpočet**

# Delenie metód analytickej chémie

---

Z hľadiska **povahy** analyzovanej látky delíme metódy analytickej chémie na:

- **anorganické**
- **organické**
  
- **prvková (elementárna) analýza** – zisťuje sa prvkové zloženie skúmanej látky
- **funkčná analýza** – zisťujú sa funkčné skupiny v organických zlúčeninách
- **konštitučná analýza** – zisťuje sa konštitúcia látky t.j. štruktúrny vzorec bez ohľadu na priestorové usporiadanie
- **štruktúrna analýza** – zisťuje sa konfigurácia prípadne konformácia látky

# Delenie metód analytickej chémie

---

Podľa **skupenstva** skúmanej látky poznáme metódy:

- analýzy **tuhých látok**
- analýzy **kvapalín a roztokov**
- analýzy **plynov**
- analytické štúdium **povrchu tuhých látok**

Podľa **spôsobu uskutočnenia**:

- **zmyslové** (senzorické)
- **chemické**
- **fyzikálne a fyzikálno-chemické**
- **biologické**

# Delenie metód analytickej chémie

---

Podľa **účelu**, na ktorý má analýza slúžiť:

- **prevádzkové alebo kontrolné**
- **štandardné**
- **exaktné**

Podľa **množstva** analyzovanej vzorky:

- **makroanalytické** (gramové), návažok  $> 0,1\text{g}$
- **semimikroanalytické** (centigramové), návažok  $0,01$  až  $0,1\text{g}$
- **mikroanalytické** (miligramové), návažok  $0,0001$  až  $0,01\text{g}$
- **ultramikroanalytické** (mikrogramové), návažok  $< 0,0001\text{g}$

**makrozložky** – ich obsah v skúmanej vzorke je väčší ako 1%

**vedľajšie zložky** – ich obsah je v rozpätí 0,01% až 1%

**mikrozložky (stopové zložky)** – ich obsah je nižší ako 0,01%



# Delenie metód analytickej chémie

---

Podľa **cieľa** analýzy:

- metódy **kvalitatívne**
- metódy **semikvantitatívne (polokvantitatívne)**
- metódy **kvantitatívne**

Cieľom kvalitatívnej analýzy je určenie jednotlivých zložiek (prvkov, iónov, molekúl) tvoriacich skúmanú vzorku.

Kvalitatívne určenie = **dôkaz**

Cieľom kvantitatívnej analýzy je určenie zastúpenia jednotlivých zložiek vzorky t.j. ich množstva, alebo vzájomný pomer.

Kvantitatívne určenie = **stanovenie**

# Kvantitatívna chemická analýza

---

- **vážková analýza (gravimetria)**

zistuje sa **hmotnosť** zložiek vzorky prostredníctvom zrážacích reakcií, pričom vzniká málo rozpustná zrazenina, ktorej hmotnosť sa zisťuje vážením

- **odmerná analýza (volumetria)**

zistuje sa **objem** roztoku skúmadla so známou koncentráciou, ktorý je práve potrebný na úplnú reakciu skúmadla s určovanou zložkou

**Bod ekvivalencie** (stechiometrický bod, teoretický koncový bod titrácie) – stav, pri ktorom je látkové množstvo skúmadla chemicky ekvivalentné látkovému množstvu stanovovanej zložky v skúmanej vzorke. Dosiahnutie bodu ekvivalencie sa stanovuje najčastejšie vizuálne pomocou tzv. **indikátorov**.

# Požiadavky na reakciu prebiehajúcu pri odmernej analýze

---

- musí byť dostatočne rýchla
- musí prebiehať kvantitatívne a zároveň musí byť jedinou reakciou, ktorá prebieha v roztoku, ostatné látky prítomné v skúmanej vzorke nesmú s daným činidlom reagovať
- musí existovať vhodný spôsob, ktorým stanovíme, že chemická reakcia ktorú sme použili práve prebehla, že celá stanovovaná zložka zreagovala a že je potrebné ukončiť ďalšie pridávanie činidla (odmerného roztoku)

# Delenie metód odmernej analýzy podľa povahy chemickej reakcie

---

- **Acidobázické (neutralizačné) titrácie** - sú založené na protolytických reakciách medzi odmerným roztokom a skúmanou vzorkou. Kyseliny sa stanovujú *alkalimetricky* (pomocou odmerných roztokov zásad) a zásady sa stanovujú *acidimetricky* (pomocou roztokov kyselín).
- **Komplexotvorné titrácie** - sú založené na komplexotvorných reakciách, pri ktorých vznikajú charakteristické komplexy. Špeciálnym prípadom komplexometrie je *chelátometria*, pri ktorej vzniká tzv. chelát, t.j. komplex s cyklickými útvarmi.
- **Zrážacie titrácie** - sú založené na reakciách zrážacích, poskytujú málo rozpustné látky – zrazeniny.
- **Oxidačno-redukčné titrácie** - sú založené na výmene elektrónov medzi odmerným roztokom a stanovovanou látkou, pričom sa mení oxidačný stupeň látok. Ak odmerný roztok má oxidačné účinky hovoríme o *oxidimetrii*, ak redukuje stanovovanú látku hovoríme o *reduktometrii*.

# Acidobázické indikátory

---

- Dosiahnutie bodu ekvivalencie sa dá indikovať vizuálne alebo inštrumentálne. Vizuálnu indikáciu umožňuje tzv. **chemický farebný indikátor**, ktorý sa zámerne pridáva do reakčnej sústavy. Chemický indikátor je látka, ktorá indikuje dosiahnutie podmienok bodu ekvivalencie zmenou sfarbenia a tým umožní ukončiť pridávanie ďalších podielov (objemov) titračného činidla.
- Acidobázické indikátory sú slabé organické kyseliny a zásady, ktorých sfarbenie sa mení so zmenou pH. Zmena sfarbenia indikátora súvisí so zmenou jeho štruktúry a zloženia, ktorá je spôsobená zmenou pH prostredia. Sfarbenie zlúčeniny vzniká tým, že zlúčenina absorbuje niektorú časť viditeľného žiarenia (modrú, zelenú, žltú alebo červenú), čo je podmienené jej štruktúrou. Akonáhle sa štruktúra látky zmení napr. v dôsledku zmeny pH, zmení sa aj absorpcia viditeľného žiarenia a tým aj sfarbenie zlúčeniny.

---

Acidobázický indikátor ako slabá kyselina alebo zásada disociuje podľa rovnice:



disociačná konštanta:

$$K_{(\text{HInd})} = \frac{[\text{Ind}]}{[\text{HInd}]} \cdot [\text{H}^+]$$

$K_{(\text{HInd})}$  - *indikátorová konštanta*

$\text{p}K_{(\text{HInd})}$  - *indikátorový exponent*

$$[\text{H}^+] = \frac{[\text{HInd}]}{[\text{Ind}]} \cdot K_{(\text{HInd})}$$

$\text{pH} \approx \text{p}K_{(\text{HInd})} \pm 1$  - *funkčná oblasť indikátora*

## Prehľad najčastejšie používaných acidobázických indikátorov a ich charakteristiky

---

Indikátor	Farba formy		Funkčná oblasť [pH] pri 20°C
	kyslej	zásaditej	
dimetylénová žltá	červená	žltá	2,9 - 4,1
bromfenolová modrá	žltá	modrá	3,0 - 4,6
metyloranž	červená	žltá	3,1 - 4,4
bromkrezolová zelená	žltá	modrá	3,8 - 5,4
metylčerveň	červená	žltá	4,4 - 6,2
bromtymolová modrá	žltá	modrá	6,0 - 7,6
fenolftaleín	bezfarebná	červená	8,2 - 10,0
tymolftaleín	bezfarebná	modrá	9,3 - 10,5

## Voľba vhodného indikátora

---

- Na titráciu volíme taký indikátor, do ktorého funkčnej oblasti spadá indikátorový exponent stanovovanej látky.
- Ak prvej podmienke vyhovuje viacero indikátorov, zvolíme ten, ktorého funkčná oblasť je užšia a ktorého farebná zmena je zreteľnejšia. Vzhľadom na citlivosť ľudského oka, najvhodnejšie sú indikátory s farebnou zmenou v modrej oblasti spektra, najťažšie sa postrehne žltý farebný odtieň.
- Koncentrácia použitého indikátora v titrovanom roztoku má byť čo najmenšia, aby spotreba odmerného roztoku (titračného činidla), ktorá je potrebná na indikátor, bola podľa možnosti zanedbateľná (aby neskreslovala konečný výsledok stanovenia). Na eliminovanie tejto chyby sa snažíme pracovať s rovnakými malými množstvami indikátora (napr. 3 kvapky, 1 ml).



## Príprava odmerných roztokov kyselín a zásad

---

**štandardné roztoky** - odmerné roztoky s presne známou koncentráciou, možno ich pripraviť iba z čistých látok s presným stechiometrickým zložením

**základná látka** - látka, ktorú možno použiť na stanovenie presnej koncentrácie odmerných roztokov. Musí spĺňať určité požiadavky:

- *definované zloženie*, množstvo nečistôt nesmie byť väčšie ako 0,1%,
- *stálosť na vzduchu*, nesmie sa samovoľne oxidovať vzdušným kyslíkom, ani reagovať so zložkami vzduchu,
- *dobrá rozpustnosť vo vode*,
- *rýchla*, *stechiometricky úplná reakcia s odmerným činidlom*, bez vedľajších reakcií,
- *ľahké určenie bodu ekvivalencie*,
- *cenová prístupnosť základnej látky a nezávadnosť* z hľadiska bezpečnosti pri práci,
- *väčšia molekulová hmotnosť základnej látky*, táto požiadavka súvisí so znížením chýb pri navažovaní.

## Základné látky a indikátory najčastejšie používané v alkaliacidimetrii

---

- hydrogénuhličitan draselný, resp. hydrogénuhličitan sodný, ako indikátor sa používa metyloranž
- uhličitan sodný, tiež sa používa metyloranž
- tetraboritan disodný, metyloranž
- oxid ortuťnatý, metylčerveň
- hydrogénftalan draselný, fenolftaleín
- kyselina oxaloctová (šťavelová), fenolftaleín

## Stanovenie silných zásad

---

Ak roztoky neobsahujú uhličitany, stanovenie silných zásad je jednoduché. Výber vhodných indikátorov je široký. Pri zriedených roztokoch sa požiadavky na výber indikátora zvyšujú. V prítomnosti uhličitanov treba titrovaný roztok pred bodom ekvivalencie povariť, aby sa rozložil hydrogénuhličitanový anión a vyvaril oxid uhličitý rozpustený vo vode.

## Stanovenie silných kyselín

---

Silné kyseliny sa vo svojich zriedených roztokoch titrujú odmerným roztokom zásady – hydroxidom sodným alebo draselným. Ak je koncentrácia odmerného roztoku 0,1 mol/l, možno použiť každý indikátor, ktorého funkčná oblasť sa nachádza medzi pH 4 až 10. Ak je koncentrácia odmerného roztoku 0,01 mol/l, treba použiť indikátory s funkčnou oblasťou pH 5 až 9, vždy v roztokoch bez prítomnosti oxidu uhličitého.

## Stanovenie slabých kyselín, ktorých pK je menšie ako 7

---

Takéto kyseliny sa stanovujú titráciou odmerným roztokom hydroxidu sodného alebo draselného s koncentráciou 0,1 mol/l. Roztok titrovanej kyseliny nemá byť veľmi zriedený.

## Meranie objemu kvapalín, odmerné sklo a jeho čistenie

---

Odmerné nádoby rozdeľujeme podľa presnosti merania objemu na dve základné skupiny:

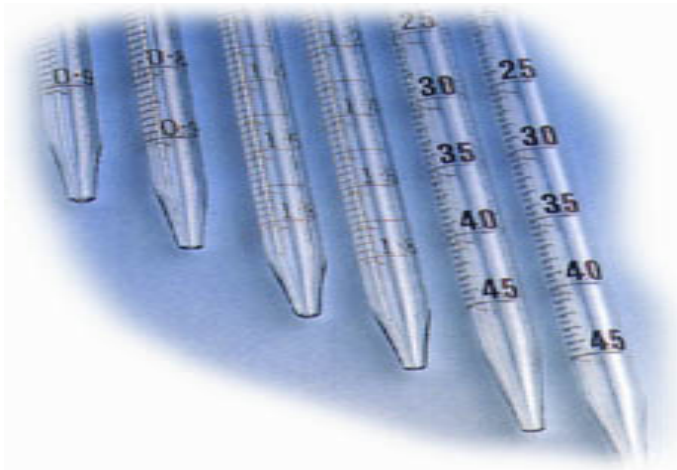
- **Odmerné valce** sú valcovité kalibrované nádoby s výlevkou, ktoré sa používajú na približné odmeriavanie objemu kvapalín



## Meranie objemu kvapalín, odmerné sklo a jeho čistenie

---

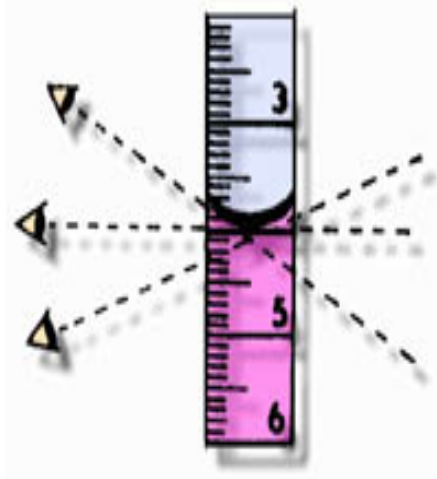
- **Odmerné banky, pipety a byrety** sú kalibrované pri určitej teplote (najčastejšie pri 20°C) a používajú sa na presné odmeriavanie objemov



## Práca s byretou

---

- **Byrety** sú určené na presné odmeriavanie objemov pri titráciách





## Rôzne spôsoby ukončenia byrety

---



## Pracovný postup pri titrácii

---

- Zariadenie na odmernú analýzu pozostáva z odmerného skla (pipety, byrety, odmerné banky) a titračných nádobiek, ktorými sú najčastejšie širokohrdlé titračné banky kužeľového tvaru.
- Pri manuálnej titrácii sa titračnou bankou počas pridávania odmerného roztoku z byrety za stáleho miešania ručne krúživo pohybuje, aby sa činidlo s titrovaným roztokom dobre premiešali. Na miešanie roztoku sa môžu využiť aj magnetické miešačky.
- Odmerný roztok sa pridáva najskôr v prúde a potom po kvapkách, ktoré v prípade potreby môžeme ešte čistou tyčinkou deliť.
- Pri posledných kvapkách treba vždy počkať na ustálenie chemickej rovnováhy.
- Pri vizuálnej titrácii sa farebné zmeny najlepšie pozorujú proti filtračnému papieru. Zákaly sa dobre identifikujú proti čiernemu lesklému papieru.
- Výsledok titrácie sa vyjadří buď ako látkové množstvo stanovovanej zložky  $n$ , hmotnosť stanovovanej zložky  $m$ , alebo ako pomerné zastúpenie stanovovanej zložky napr. v %.
- K samotnému výpočtu výsledku titrácie je potrebné poznať stechiometrickú rovnicu stanovenia, objem odmerného činidla so známou koncentráciou prípadne hmotnosť naváženej vzorky, ak sa má výsledok vyjadriť pomerným zastúpením.



---

**Ďakujem za pozornosť**