

Sylabus přednášek z Analytické chemie I

(verze platná pro akademický rok 2025/26)

1. Základní pojmy, zpracování vzorků, kalibrace

Úkoly analytické chemie, základní dělení analýz (kvantitativní, kvalitativní, distribuční, strukturní a speciální)

Vzorek, analyt, matrice

Analytický experiment: princip – metoda – postup – návod (SOP)

Metody primární a relativní

Analytický signál, šum, interferent, selektivita, citlivost, mez detekce, mez stanovitelnosti

Stanovení, důkaz, identifikace

Odběr a zmenšování vzorků, kvartace, reprezentativní vzorek

Příprava vzorku před analýzou, rozpouštění s rozkladem a bez rozkladu, tavení, zpopelňování, mikrovlnný rozklad

Kalibrace, externí kalibrace, metoda přídavku standardu, metoda vnitřního standardu

Kalibrační standardy: referenční a certifikované referenční materiály, jednosložkové a maticové standardy

2. Rovnováhy v roztocích

Rozpouštědla polární a nepolární, slabý a silný elektrolyt, solvatace

Popis rovnováhy – rovnovážná konstanta, aktivita, koncentrace, relativní koncentrace, aktivitní koeficient, iontová síla

Koncentrace celková a rovnovážná, látková bilance, podmínka elektroneutrality

Acidobazické rovnováhy

Typy rozpouštědel, autoprotolýza, konjugovaný pár

pH (definice, způsoby měření pH, kontrola pH)

Silné a slabé protolyty, rovnovážné konstanty protolytických reakcí, stupeň disociace

Výpočet pH silné kyseliny a zásady, vliv autoprotolýzy vody

Výpočet pH jednosytných a vícesytných slabých kyselin a zásad

Výpočet pH solí slabých protolytů

Výpočet pH amfolytů

Výpočet pH pufrů, tlumivá kapacita

Komplexotvorné rovnováhy

Základní pojmy: centrální částice, ligand, koordinační vazba, koordinační číslo, chelát

Rovnovážné konstanty komplexotvorných reakcí – dílčí a celkové konstanty stability

Ovlivnění tvorby komplexu vedlejšími reakcemi

Srážecí rovnováhy

Heterogenní rovnováha, součin rozpustnosti

Výpočet rozpustnosti látky ve vodě, výpočet rozpustnosti látky v roztoku vlastních iontů

Vliv pH na rozpustnost hydroxidů

Oxidačně redukční rovnováhy

Oxidačně redukční reakce, redoxní pár, oxidovadlo, redukovadlo, rovnovážný elektroodový potenciál, Nernstova rovnice

Průběh oxidačně–redukčních reakcí, důležitá oxidační a redukční činidla

3. Vážková analýza

Obecný postup vážkové analýzy, srážení, čištění a izolace sraženiny (filtrační kelímky, kvantitativní filtrační papír), sušení a žihání, uchovávání sraženin

Požadavky na vylučovací formu a formu k vážení, sušina

Srážení z homogenního prostředí

Příklady vážkových analýz s použitím anorganických a organických činidel

4. Odměrná analýza

Požadavky na průběh reakce, přímá, nepřímá a zpětná titrace

Odměrný roztok, titr, základní látka

Titrační křivka a její průběh, vytitrovaný podíl, bod ekvivalence, konec titrace

Acidobazické titrace

Titrační činidla, základní látky, acidobazické indikátory a jejich funkční oblasti, instrumentální indikace bodu ekvivalence

Průběh titrační křivky – silné a slabé kyseliny či zásady, vícesytné kyseliny (H_3PO_4) a zásady (Na_2CO_3)

Aplikace: stanovení celkové alkality, stanovení amoniakálního dusíku, rozklad dle Kjeldahla

Komplexometrie (chelatometrie)

Titrační činidlo, stechiometrie reakcí, základní látky, metalochromní indikátory a jejich funkce, instrumentální indikace bodu ekvivalence

Vliv pH na stabilitu komplexů, průběh titrační křivky

Typy chelatometrických analýz: příklady přímé, zpětné a vytěšňovací titrace

Aplikace: celková tvrdost vody

Srážecí titrace (argentometrie)

Titrační činidlo, základní látka

Průběh titrační křivky

Aplikace: Volhardova metoda (indikátor železitá sůl)

Oxidačně redukční titrace

Základní rozdělení metod a přehled titračních činidel, indikátory vratné, nevratné a specifické, potenciometrická indikace bodu ekvivalence

Průběh titrační křivky

Manganometrie – titrační činidlo, reakce v kyselém a neutrálním prostředí, základní látky, indikace konce titrace, aplikace (stanovení Fe, peroxidů, nepřímá stanovení oxidovadel založená na oxidaci šťavelové kyseliny)

Jodometrie – titrační činidla, základní látky, indikace bodu ekvivalence, aplikace (přímá titrace redukovadel, nepřímá titrace oxidovadel, stanovení vody)

5. Elektroanalytické metody

Základní dělení metod – bez elektrodové reakce a s probíhající elektrodovou reakcí, statické a dynamické metody

Konduktometrie

Migrace iontů v elektrickém poli, pohyblivost iontů, Ohmův zákon, vodivost, měrná vodivost

Pohyb iontů H^+ a OH^- v roztoku, kapalinový potenciál a jeho kompenzace

Měření vodivosti, vodivostní cely, kalibrace vodivostní cely

Aplikace: přímá konduktometrie a konduktometrická titrace

Elektrody a články

Definice elektrody, katoda a anoda

Článek galvanický a elektrolytický, napětí článku, rovnovážné napětí článku

Zápis elektrochemického článku, Stockholmská konvence zápisu článků

Elektrodotový potenciál a Nernstova rovnice

Standardní vodíková elektroda

Statické metody – potenciometrie

Referentní elektrody (elektrody II. druhu) – kalomelová, chloridostříbrná

Měrné elektrody s redoxním dějem (elektrody I. druhu) a jejich příklady – kovové, oxidačně redukční

Iontově selektivní elektrody, membránový potenciál, Nikolského rovnice, typy membrán

Skleněná elektroda a kombinovaná skleněná elektroda, fluoridová elektroda, polymerní elektroda

Aplikace: přímá potenciometrie (měření pH, stanovení F^-) a potenciometrická titrace

Dynamické metody

Polarizace elektrod, polarizační křivka, depolarizátor

Přepětí elektrody, rozkladné napětí

Transport depolarizátorů – migrace, difuze, konvekce

Difuzní proud a limitní difuzní proud, průběh polarizační křivky, půlvlnový potenciál

Voltametrie

Řízení potenciálu elektrody, polarizovatelná a nepolarizovatelná elektroda, třielektrodové zapojení

Polarografie – prof. Jaroslav Heyrovský, rtuťová kapková elektroda, polarogram, kvantitativní a kvalitativní vyhodnocení polarogramu, kapacitní proud, pevné elektrody – uhlíkové, zlaté, platinové, příklady aplikací voltametrie

Voltametrické techniky (lineární voltametrie, normální pulzní voltametrie a diferenční pulzní voltametrie), časový průběh potenciálu a měření proudu v těchto technikách

Rozpouštěcí voltametrie – průběh potenciálu a záznam rozpouštěcí křivky

Amperometrie, amperometrická titrace a amperometrický detektor

Coulometrie

Faradayův zákon

Coulometrie za řízeného potenciálu, časový průběh proudu, ukončení experimentu, výpočet náboje a množství analytu

Coulometrie za konstantního proudu, primární a sekundární coulometrická titrace, určení bodu ekvivalence, výpočet náboje a množství analytu

6. Spektrometrie

Principy a společné části instrumentace

Principy a dělení metod podle mechanismu interakce, stavu hmoty, oblastí vlnových délek záření a druhu vyměňované energie

Základní vlastnosti záření, spektrum

Energetické hladiny atomů, elektronové orbitaly, kvantová čísla, tvar atomových spekter

Energetické hladiny molekul, typy elektronových orbitalů v molekulách, vibrační a rotační energie molekul, tvar molekulových spekter

Boltzmannův rozdělovací zákon

Základní typy interakce záření s hmotou: emise – absorpce – luminiscence – rozptyl

Kvalitativní vyhodnocení spekter

Kvantitativní vyhodnocení spekter – základní fotometrické veličiny (intenzita toku záření, transmitance, absorbance), Lambertův–Beerův zákon a podmínky jeho platnosti, závislost intenzity emitovaného záření na koncentraci, samoabsorpce, závislost intenzity fluorescenčního záření na koncentraci, fluorescenční výtěžek, zhášení fluorescence

Základní části spektrometrů: zdroje záření (monochromatické, polychromatické, spojitě, čárové), analyzátoři záření (hranol, mřížka, monochromátor Czerny–Turner, interferenční filtry, polychromátor), detektory záření (fotonásobiče, fotodiody)

Jednopaprskové a dvoupaprskové přístroje

Atomová spektrometrie

Optická emisní spektrometrie

Plamenová emisní spektrometrie – instrumentace, typy plamenů, analyzovatelné prvky, příklady aplikací (zemědělství, klinické laboratoře)

Optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP–OES) – vznik plazmatu, konstrukce plazmové hlavice, radiální a axiální pozorování, sekvenční a simultánní měření, aplikace ICP-OES

Atomová absorpční spektrometrie

Zdroj záření – výbojka s dutou katodou

Atomizace plamenem – plamen, konstrukce hořáku, typy plamenů

Elektrotermická atomizace – konstrukce kyvety, základní kroky ohřevu, ochranná atmosféra

Hydridová technika – generování a atomizace hydridů, analýza Se, As, Sb

Stanovení Hg – metoda studených par a termooxidační způsob

Rentgenová fluorescenční spektrometrie

Princip vzniku rentgenové fluorescence, značení čar, Moseleyův zákon

Zdroj budícího záření – rentgenová lampa

Vlnově disperzní a energiově disperzní přístroje

Rozklad rentgenového záření, Braggova rovnice

Detektory – plynové, scintilační, polovodičové

Aplikace a rozsah použití rentgenové fluorescence

Molekulová spektrometrie

Molekulová absorpční spektrometrie v ultrafialové a viditelné oblasti

Druhy a vlastnosti elektronových přechodů – přechody mezi molekulovými orbitaly, přechody s přenosem náboje a v ligandovém poli

Strukturní analýza – chromofory, auxochromy, vliv polarizace rozpouštědla

Kvantitativní analýza – analýza vícesložkových směsí, příklady aplikací, analýza anorganických iontů

Instrumentace – zdroje záření, kyvety

Molekulová fotoluminiscenční analýza v ultrafialové a viditelné oblasti

Vznik fotoluminiscenčních spekter, fluorescence, fosforescence

Jablonského diagram – excitační a relaxační děje v molekule

Vliv struktury molekuly na fotoluminiscenci

Instrumentace – spektrofluorimetr, excitační a emisní spektra

Příklady aplikací – přímá měření, zhášení fluorescence, chromatografický detektor

Absorpční spektrometrie v infračervené oblasti

Oblasti IČ záření, vyjadřování energie záření

Mechanismus interakce záření s molekulou, počet vibračních stavů

Model dvouatomové molekuly – harmonický a anharmonický oscilátor

Typy vibrací (valenční, deformační, symetrické, asymetrické)

Podmínky absorpce záření – výběrová pravidla, dipólový moment

Typy přechodů – fundamentální, horký, svrchní, kombinační

Instrumentace – Michelsonův interferometr, Fourierova transformace, zdroje pro různé oblasti IČ záření, detektory záření (termoelektrické, pyroelektrické, polovodičové)

Zpracování vzorku – metody využívající průchod záření (kyvety, rozpouštědla, analýza pevných vzorků) a odraz záření (ATR)

Aplikace: kvalitativní analýza – charakteristické vibrace funkčních skupin, „otisk prstu molekuly“, kvantitativní analýza

Spektrometrie nukleární magnetické rezonance

Teoretické principy – jaderný spin, spinové kvantové číslo, orientace spinu v magnetickém poli, energetické přechody mezi stavy jádra, relaxace, gyromagnetický poměr, rezonanční frekvence, vliv indukce vnějšího magnetického pole

Vliv struktury molekul na $^1\text{H-NMR}$ spektra – chemický posun, integrální intenzita a multiplicita signálů

Instrumentace a měření – konstrukce pulzního NMR spektrometru

Aplikace NMR a vyhodnocení $^1\text{H-NMR}$ spekter

7. Separační metody

Základní principy, rozdělení a přehled metod

Extrakce

Distribuční koeficient, distribuční poměr, účinnost extrakce, separační faktor

Extrakce pevná fáze–kapalina: Soxhletův aparát, stanovení tuků

Extrakce kapalina–kapalina: vliv pH na extrakci slabých kyselin a zásad, převedení iontů kovů na elektroneutrální částice

Extrakce kapalina–pevná fáze: typy sorbentů, experimentální uspořádání

Mikroextrakce na tuhou fázi

Chromatografie – úvod

Stacionární a mobilní fáze, průběh separace složek a mechanismy retence, základní dělení metod, distribuční (rozdělovací) poměr, kapacitní (retenční) poměr

Tvar chromatogramu – retenční čas a objem, mrtvý retenční čas a objem, redukované veličiny, profil chromatografického píku – Gaussova křivka

Rozlišení píků, počet teoretických pater a výškový ekvivalent patra, van Deemterův model

Kvalitativní a kvantitativní vyhodnocení

Plynová adsorpční chromatografie (GSC)

Princip separace, druhy sorbentů, aplikace (plyny a velmi těkavé látky)

Plynová rozdělovací chromatografie (GLC)

Princip separace – vliv teploty varu a polaritý složek na retenci složek, vliv teploty kolony na separaci

Mobilní fáze – nosný plyn (druhy, požadavky na čistotu)

Stacionární fáze – mechanicky a chemicky vázané, kolony – náplňové a kapilární

Způsoby vnášení vzorku do kolony, nástřiková komůrka, dělič vzorků, technika „head space“, tepelná desorpce

Detektory v plynové chromatografii – tepelně vodivostní, plamenově ionizační, detektor elektronového záchytu a hmotnostní

Porovnání se standardy – retence v homologické řadě, retenční indexy

Kapalinová adsorpční chromatografie (LSC) - chromatografie s normálními fázemi

Princip, pořadí eluce složek, druhy stacionárních a mobilních fází, eluční síla, gradientová a izokratická eluce

Kapalinová rozdělovací chromatografie (LLC) - chromatografie s obrácenými fázemi

Princip, příprava stacionárních fází, vliv substituentu na polaritu stacionární fáze

Druhy mobilních fází a jejich eluční síla

Dělené složky – pořadí eluce, vliv pH na separaci slabých kyselin a zásad, tvorba iontových párů

Gelová permeační chromatografie (GPC, SEC)

Princip, stacionární a mobilní fáze, pořadí eluce složek, závislost elučního objemu na molární hmotnosti složek

Iontově výměnná chromatografie (IEC)

Princip, stacionární fáze – anexy a katexy, příklady funkčních skupin stacionárních fází, mobilní fáze, vliv koncentrace protiiontu na separaci složek, průběh analýzy, pořadí separovaných složek

Použití vodivostního detektoru – potlačovací kolony a iontové supresory

Instrumentace v kapalinové chromatografii

Odplynění a filtrace mobilní fáze, čerpadla (pístová, lineární dávkovač), dávkovací ventil, kolony, detektory (spektrofotometrický, fluorimetrický, vodivostní a hmotnostní)

Chromatografie na tenké vrstvě (TLC)

Způsob uložení a druhy stacionárních fází

Průběh experimentu, vybarvení skvrn, retardační faktor

Dvourozměrná analýza

Elektromigrační metody

Princip separace – migrace iontů v elektrickém poli

Papírová a gelová elektroforéza – princip a aplikace

Kapilární elektroforéza – nanášení vzorku, elektroosmotický tok, vliv pH na EOF, detekce

8. Hmotnostní spektrometrie a kombinované techniky

Obecné principy, základní schéma hmotnostního spektrometru, hmotnostní spektrum

Fragmentace iontů

Iontové zdroje – v plynné fázi (elektronová a chemická ionizace), v kapalně fázi (elektrosprej), desorpční techniky

Analyzátoary (separátory) iontů – kvadrupólový, průletový

Detekce iontů

Kvalitativní analýza, kvantitativní analýza (izotopové zředování)

Kombinované techniky GC–MS a LC–MS

Anorganická hmotnostní spektrometrie – ICP–MS (instrumentace, aplikace)

9. Vyhodnocení analytických výsledků

Chyby analytických výsledků (hrubé, systematické, náhodné)

Pravdivost, přesnost a preciznost (opakovatelnost, reprodukovatelnost)

Intervaly spolehlivosti, testy významnosti

Systém řízení jakosti – nejistota analytického výsledku, validace analytické metody, regulační diagramy, mezilaboratorní testy

Doporučená literatura:

- Skripta Analytická chemie, Záruba a kol., VŠCHT 2016 (kapitoly 1 až 14)
- Teoretické úvody kapitol ve skriptech Volka a kol., Příklady z analytické chemie pro bakaláře, VŠCHT 2010