

## Műszeres analitika I. (TKBE0531) Bioanalitika (TKBE2541)

Dr. András Melinda  
Dr. Kállay Csilla

Debreceni Egyetem  
Természettudományi és Technológiai Kar  
Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék  
2019

Honlap: <http://inorg.unideb.hu/>  
(oktatás)

Felhasználói név: analitika09

### Tematika

1-6. hét: klasszikus analitikai kémia,  
7-14. hét: műszeres analitikai kémia,

### Számonkérés

írásbeli vizsga

évközi rövid kérdések megválaszolásával plusz  
pontok szerezhetők

### Tematika

1. hét:

A kémiai analízis felosztása és alapfogalmai: minőségi analízis,  
mennyiségi analízis, klasszikus analitika, műszeres analitika.

A kémiai analízis. Az analízis célja, módszerének kiválasztása, főbb  
lépései, az analízis előkészítő műveletei, mintavétel, mintaelőkészítés.

Egy analitikai probléma megoldása, mérés, alapmennyiségek,  
mértékegységek, prefixumok.

### Mi az analitikai kémia?

Alkalmazott tudomány, hatékony elméletek és  
módszerek rendszere a legkülönbözőbb anyagok  
(vegyületek, keverékek, stb) kémiai összetételének  
megállapítására.

### Az analitikai kémia felosztása:

#### (1) Az analízis célja szerint:

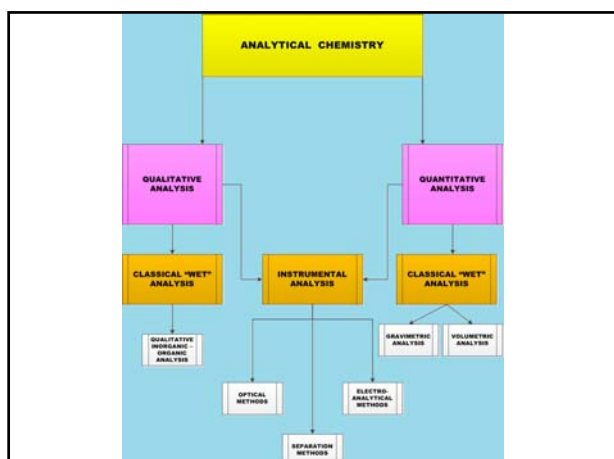
**Minőségi** (kvalitatív) **analitika**: az anyagot alkotó komponensek azonosítása

**Mennyiségi** (kvantitatív) **analitika**: az anyagot képező komponensek  
mennyiségének, koncentrációjának, arányának meghatározása

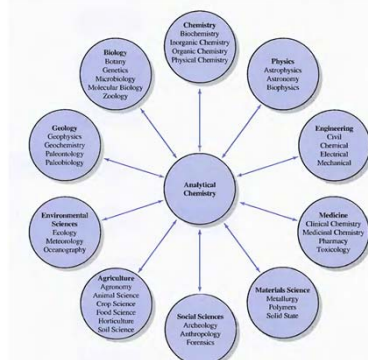
#### (2) Az analitika módszertana szerint:

**Klasszikus analitika**: Tervszerűen végrehajtott fizikai és/vagy kémiai  
folyamatokon, kölcsönhatásokon alapuló eljárások, melyek során a változást  
vizuálisan megfigyeljük, vagy mérjük. Az analízis során egyszerű laboratóriumi  
eszközöket használunk.

**Műszeres analitika**: (a) A tervszerűen végrehajtott folyamat(ok),  
kölcsönhatás(ok) során bekövetkező változást műszeresen követjük (pl.  
potenciometria, vezetőképesség, fotometria, kromatográfiák stb); (b) a  
vizsgálandó anyag és valamilyen energiafajta kölcsönhatását mérjük (pl.  
spektroszkópiák, polarográfia, elektrogravimetria, termikus elemzések,  
mágneses módszerek során).



### Az analitikai kémia kapcsolata más tudományterületekkel



### Az analitikai kémiáról

A minta: - meghatározandó komponensek  
- mátrix

#### Kémiai analízis lépései (8):

- 1) A feladat definiálása, célkitűzés
- 2) Stratégiakészítés: a módszer kiválasztása, munka tervezése a mintavételtől a kiértékelésig.
- 3) Mintavétel
- 4) Minta tárolása, szállítása
- 5) Mintaelőkészítés

Még az elemzés előtt az előbbi három pontban el lehet rontani a feladatot!

- 6) Elemzés, mérések végrehajtása
- 7) Adatfeldolgozás
- 8) Értékelés – Mennyire megbízhatóak az eredmények?

### Kémiai analízis lépései

#### Mintavétel:

Első gyakorlati lépés.

Reprezentatív legyen, a teljes tömegből kivett apró (kis tömegű, kis térfogatú) minta jellemezze az egész vizsgált rendszert.

Függ:

- a kitűzött analitikai céltól
- vizsgálni kívánt anyag fizikai és kémiai tulajdonságaitól

### Kémiai analízis lépései

#### Minta tárolása:

Olyan körülmények biztosítása, hogy a minta összetétele az elemzésig ne változzon meg.

Függ:

- a minta típusától
- az elemzendő komponens természetétől

### Kémiai analízis lépései

#### Mintaelőkészítés:

Analízisen belüli művelet, a mintát olyan alakra hozzuk, hogy a kiválasztott módszerrel elemezni lehessen.

Követelmények:

- Ne változzon a komponensek aránya!
- Ne legyen veszteség!
- Ne szennyeződjön!

**Kémiai analízis lépései****Mintaelőkészítés**

Mintaelőkészítés módja függ:

- minta típusától
- elemezendő komponens tulajdonságaitól
- kiválasztott analitikai módszertől

**Kémiai analízis lépései****Elemzés:**

Azon kémiai, fizikai-kémiai műveletek összessége, amelyek segítségével olyan érzékszervi észleléshez, illetve számszerű vagy számszerűsíthető adatokhoz jutunk, amelyek egyértelmű összefüggésben vannak a minta komponensének minőségével és mennyiségével (koncentrációjával vagy abszolút tömegével).

**Adatfeldolgozás:**

Adatok numerikus, grafikus illetve statisztikai módon történő feldolgozása, amelyből a minta minőségi és mennyiségi összetételét határozzuk meg.

**Kémiai analízis lépései****Elemzés:**

Azon kémiai, fizikai-kémiai műveletek összessége, amelyek segítségével olyan érzékszervi észleléshez, illetve számszerű vagy számszerűsíthető adatokhoz jutunk, amelyek egyértelmű összefüggésben vannak a minta komponensének minőségével és mennyiségével (koncentrációjával vagy abszolút tömegével).

**Kémiai analízis lépései****Adatfeldolgozás:**

Adatok numerikus, grafikus illetve statisztikai módon történő feldolgozása, amelyből a minta minőségi és mennyiségi összetételét határozzuk meg.

**Értékelés:**

A kémiai információ felhasználói információvá válik a vizsgált anyagról. Mérési jelentés készítése, magyarázat.

**A mérés****A kvantitatív analitikai kémia alapja a mérés**

**A cél:** valamely sajátság mennyiségi jellemzése

**A mértékegység:** valamely sajátság rögzített értéke

**A mérés:** a mértékegység és a mérendő mennyiség összevetése

**A mennyiség:** számérték (mérőszám) és mértékegység szorzata

**1791:** a francia nemzetgyűlés elfogadja a métert és a kilogrammot a hosszúság és a tömeg mértékegységeként

**Magyar mértékegységek:** 8/1976. (IV.27.) MT rendelet

**Nemzetközi szabvány:** Systéme International - SI

**A mérés**

Alapmennyiségek és alapegységek (SI):

Mennyiség	mértékegység	jele
hosszúság	méter	m
tömeg	kilogram	kg
idő	másodperc	s
elektromos áramerősség	amper	A
termodinamikai hőmérséklet	kelvin	K
anyagmennyiség	mól	mol
fényerősség	kandela	cd
Kiegészítő mennyiségek		
síkszög	radián	rad
térszög	szteradián	sr

**A mérés**

Prefixumok

név	jel	érték	név	jel	érték
exa	E	$10^{18}$	atto	a	$10^{-18}$
peta	P	$10^{15}$	femto	f	$10^{-15}$
tera	T	$10^{12}$	piko	p	$10^{-12}$
giga	G	$10^9$	nano	n	$10^{-9}$
mega	M	$10^6$	mikro	$\mu$	$10^{-6}$
kilo	k	$10^3$	milli	m	$10^{-3}$
hekto	h	$10^2$	centi	c	$10^{-2}$
deka	da	$10^1$	deci	d	$10^{-1}$

Az analitikai kémiában gyakori koncentrációegységek

$$\text{ppm} = \frac{m_{\text{comp}}}{m_{\text{tot}}} \cdot 10^6 \quad \text{ppb} = \frac{m_{\text{comp}}}{m_{\text{tot}}} \cdot 10^9 \quad \text{ppt} = \frac{m_{\text{comp}}}{m_{\text{tot}}} \cdot 10^{12}$$

$m_{\text{comp}}$ : analizált komponens tömege     $m_{\text{tot}}$ : a minta komponens tömege  
 híg vizes oldatokban:  $m_{\text{tot}} \text{ (g)} \approx V_{\text{tot}} \text{ (cm}^3\text{)}$

**Minőségi analízis****Az I. anionosztály jellemzése**
 $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ ,  $\text{S}^{2-}$ ,  $\text{S}_x^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ :

Csoportreakció:

Oldatukat erős savval savanyítva észlelhető változás  
 következik be (gázfejlődés, csapadékképződés)

•  $\text{SO}_3^{2-} + 2 \text{H}^+ = \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O}$   
 $\text{SO}_2$  kimutatása  $\text{KIO}_3$ -os szűrőpapírral

•  $\text{S}^{2-} + 2 \text{H}^+ = \text{H}_2\text{S}$   
 $\text{H}_2\text{S}$  kimutatása  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ -os szűrőpapírral

•  $\text{CO}_3^{2-} + 2 \text{H}^+ = \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$   
 $\text{CO}_2$  kimutatása  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -oldattal

**Minőségi analízis****A II. anionosztály jellemzése**
 $\text{BrO}_3^-$ ,  $\text{IO}_3^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{B}(\text{OH})_4^-$ 

Csoportreakció:

Erős sav hatására nincs észlelhető változás és semleges  
 közegben  $\text{Ba}^{2+}$ -ionnal csapadékot képeznek

Megkülönböztetésük:

- Redoxi sajátosság  
 redukál ( $\text{I}_2$ -dal reagál):  $\text{BrO}_3^-$ ,  $\text{IO}_3^-$
- Komplexképző sajátosság
- Csapadékképző tulajdonság

**Minőségi analízis****A III. anionosztály jellemzése**
 $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{SCN}^-$ 

Csoportreakció:

Erős sav hatására nincs észlelhető változás,  
 semleges közegben  $\text{Ba}^{2+}$ -ionnal nem képeznek csapadékot és  
 $\text{Ag}^+$ -ionnal csapadékot képeznek, amelyek híg salétromsavban  
 nem oldódnak

**Minőségi analízis****A IV. anionosztály jellemzése**
 $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{ClO}_3^-$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{CH}_3\text{COO}^-$ 

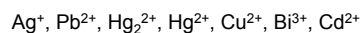
Csoportreakció:

Nem adja az I-III. anionosztály reakcióit

**Minőségi analízis**

Kationok osztályai:

I. osztály: savas közegben szulfidionnal csapadékot képeznek,  
 amelyek ammónium-szulfidban, ammónium-poliszulfidban,  
 illetve erős lúgban ( $\text{KOH}$ ) nem oldódnak:



I. A osztály

HCl-dal csapadékot képez  
 $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$

I. B osztály

HCl-dal nem képez csapadékot  
 $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$

**Minőségi analízis**

Kationok osztályai:

II. osztály: savas közegben szulfidionnal csapadékot képeznek, amelyek ammónium-szulfidban, ammónium-poliszulfidban, illetve erős lúgban (KOH) oldódnak:

As(III), As(V), Sb(III), Sb(V), Sn<sup>2+</sup>, Sn<sup>4+</sup>

III. osztály: savas közegben nem képeznek szulfidionnal csapadékot, ammónium-szulfid hatására csapadékot adnak (MS, M(OH)<sub>3</sub> csapadék)

Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>, Al<sup>3+</sup>, Zn<sup>2+</sup>

**Minőségi analízis**

Kationok osztályai:

IV. osztály: sem savas, sem lúgos közegben nem képeznek szulfidion hatására csapadékot, ammónium-karbonáttal csapadékot képeznek

Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>

V. osztály: sem szulfidionnal, sem ammónium-karbonáttal nem képeznek csapadékot

Mg<sup>2+</sup>, Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>

**A kvantitatív analitikában alkalmazható reakciók,  
elméleti hátterük és alkalmazásukra épülő  
klasszikus kvantitatív analitikai eljárások:**

- Sav – bázis -
- Komplexképződési -
- Redoxi -
- Csapadékképződési reakciók