

# Analizne metode

Analizna metoda je sestavljena iz podrobnih navodil, ki jim sledimo pri kvalitativni, kvantitativni in strukturni analizi z uporabo določene tehnike.

Vključuje:

- seznam kemikalij in reagentov (kvaliteta kemikalij in proizvajalec)
- seznam laboratorijskih aparatov in steklovine
- seznam inštrumentov (specifikacije)

# **Potrditev metode z uporabo kalibriranih standardov z znano koncentracijo analita**

Analizna metoda nam naj da zanesljive rezultate.

Validacija – potrditev metode

Testiranje optimiziranih eksperimentalnih parametrov: občutljivost na spremembo pogojev (temperatura, relativna vlaga, tlak)

ROBUSTNOST

PONOVLJIVOST

OBČUTLJIVOST

STABILNOST

LINEARNOST

# **Standardne analizne metode:**

najdemo objavljene v analitskih revijah ter v drugi strokovni literaturi ali knjigah.

## **Kaj upoštevamo, ko izbiramo metodo?**

1. namen analize, čas in stroški
2. pričakovani nivo analita in zahtevana meja detekcije
3. narava vzorca, količina vzorca, ki ga imamo na voljo in nujni postopki priprave
4. zahtevana natančnost za kvantitativne analize
5. katere referenčne materiale, standarde, kemikalije, topila, inštrumente in opremo imamo
6. možnost dodatnega čiščenja analita, če matriks moti detekcijo
7. Stopnja selektivnosti – metoda je lahko selektivna le za en analit
8. kontrola kvalitete in varnost

# VZORCI

**Reprezentativni vzorci:** odražajo sestavo materiala, ki naj bi ga analizirali

HOMOGENI materiali: raztopine, plini

HETEROGENI materiali: potrebna homogenacija preden dobimo laboratorijski vzorec.

Primeri heterogenih materialov:

1. površinske vode, reke, morska voda in sediment ali suspenzije.
2. materiali shranjeni v velikih količinah kot so žita, olja, industrijske organske kemikalije
3. rude, minerali
4. laboratorijske, industrijske ali mestne atmosfere, kjer se koncentracija toksičnih par ali dima spreminja z lokacijo in časom.

# VZORČEVANJE

Primer določitve povprečne vrednosti analita v rudi ali mineralih:

- (i) Naključno izberemo vzorce iz različnih delov pošiljke
- (ii) Vzorce razbijemo, zmeljemo in dobro zmešamo.
- (iii) Razdelimo jih na štiri dele, dva obdržimo.
- (iv) Postopek ponavljamo, dokler ne dobimo reprezentativnega vzorca.

# SHRANJEVANJE VZORCEV

Vzorčevanje običajno poteka na drugem mestu kot analiza (laboratorij)

Pri shranjevanju pazimo na:

1. **Temperaturo:** povišana temperatura vodi do izgube hlapnih komponent, termično ali biološko degradacijo, poveča se kemijska reaktivnost. Znižanje temperature ima lahko za posledico nastanek oborin
2. **Relativna vlažnost:** vsebnost vlage v vzorcu se spreminja, reakcije hidrolize
3. **UV-svetloba:** fotokemične reakcije, fotorazgradnja, polimerizacija .
4. **Oksidacija** na zraku
5. **Fizikalna ločitev** vzorcev v plasti z različnimi gostotami ali spremembe v kristaliničnosti.
6. **Kontaminacija:** adsorpcija na stene posode.

# Priprava vzorcev

Analit spravimo v obliko primerno za določeno tehniko ali metodo.

1. **Sušenje** pri 100-120°C, da odstranimo vlago
2. **Razgradnja in raztapljanje vzorcev**
3. **Destilacija, filtracija, centrifugiranje ali ekstrakcija.**  
Ločitev analitov v skupine z skupnimi lastnostmi.
4. **Koncentriranje.** Če je analita malo (pod mejo detekcije določene analitske metode), ga koncentriramo z izparevanjem, destilacijo, obarjanjem, ionsko izmenjavo, ekstrakcijo ali elektrolizo.
5. **Stabilizacija raztopin:** pH, ionska jakost, polarnost topila, odstranitev motečih komponent.
6. **Dodajanje standardov.**

# Razgradnja vzorcev in raztapljanje

1. Segrevanje v prisotnosti koncentriranih kislin ( $\text{HCl}$ ,  $\text{HNO}_3$ ) ali baz: geološki, metalurški vzorci
2. Fuzija z  $\text{Na}_2\text{O}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{KHSO}_4$ ,  $\text{KOH}$ : geološki, metalurški vzorci
3. Segrevanje z  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HClO}_4$ : silikati, kjer  $\text{SiO}_2$  ni analit
4.  $\text{HNO}_3$ : zemlja in sedimenti
5. Suha destilacija s segrevanjem ali vlažna destilacija s segrevanjem s  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  ali  $\text{HClO}_4$ : organski materiali z anorganskimi analiti



# Umerjanje (kalibracija) in standardi

Je postopek, pri katerem merjenemu sistemu z znano količino ali koncentracijo analita pri specifičnih pogojih dobimo določen odgovor na inštrumentu. Je zveza med merjeno fizikalno-kemijsko lastnostjo analita in količino analita.

Metode kalibracije:

1. Zunanja standardizacija (eksterna): uporabimo najmanj 4 kalibracijske standarde –umeritvena krivulja
2. Metoda standardnega dodatka
3. Notranja standardizacija (interna)

## **Primeri kalibracije inštrumentov:**

- Ročna kalibracija elektronske tehtnice z utežmi, ki imajo certifikat (potrdilo o verodostojnosti)
- Kalibracija steklovine volumetrično s tehtanjem volumna čiste vode
- Kalibracija valovnih dolžin in absorbance (skala spektrofotometra) s standardi
- Kalibracija temperaturne skale in električne napetosti ali toka z merilnimi napravami z ustreznimi certifikati.

# Kemijski standardi

Materiali in substance, ki se uporabljajo kot kemijski standardi so čiste spojine ali elementi z znano sestavo, izredno čistostjo in so stabilni.

**Primarni standardi.** Se uporabljajo za standardizacijo reagentov (v titrimetriji) – za pripravo sekundarnih standardov ali delavnih standardov. So mednarodno prepoznavni in morajo ustrezati naslednjim zahtevam:

- morajo biti lahko dostopni, čisti in z znano kemijsko sestavo
- nehigroskopni in stabilni na zraku
- vsebnost nečistoč ne sme presegati 0,02% (w/w)
- morajo biti topni v vodi ali drugih primarnih topilih
- reagirati morajo hitro z analitom v raztopini
- poznati moramo njihovo molsko maso

Primeri: kislinsko-bazna titracija ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )

redoks titracija ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )

obarjalna titracija ( $\text{AgNO}_3$ )

kompleksometrična (EDTA) (Zn, Mg)

# Referenčni materiali

Standardni referenčni material (CRM, SRM) je referenčni material z eno ali več lastnostmi, ki so ovrednotene z validacijskim postopkom in opremljen z dokumentacijo in certifikati, ki jih izdajo ustrezni uradi za standardizacijo

Se uporabljajo za določitev natančnosti, zanesljivosti primerljivosti analiziranih rezultatov.

To so čiste substance ali raztopine za kalibracijo in identifikacijo ali materiali z znano sestavo matriksa za hitrejšio primerjavo analiznih rezultatov, za ovrednotenje naših metod analize, standardizacija drugih referenčnih materialov, potrditev veljavnosti standardnih metod, podpora kontrole kvalitete.

# PODAJANJE KONCENTRACIJ ANALITA

# Enote za maso in množino

- Masa: kg, **g**, mg,  $\mu\text{g}$ , ng, pg
- Množina: mol, mmol

$6,02 \times 10^{23}$

# Podajanje koncentracija analita v raztopini

- Molarnost ali molarna koncentracija, M [mol/L]
- Normalnost ali normalna koncentracija [število ekvivalentov/L]
- p-funkcija:  
 $pX = -\log [X]$   
 $pH = -\log[H^+]$
- Parts per milion:  
 $ppm = (\text{masa topljenca/masa raztopine}) \times 10^6$
- Parts per bilion:  
 $ppb = (\text{masa topljenca/masa raztopine}) \times 10^9$

- **Procentna sestava**

1. Masni procenti (utežni)

$$(w/w) = (\text{masa topljenca} / \text{masa razstopine}) \times 100$$

2. Volumski procenti

$$(v/v) = (\text{volumen topljenca} / \text{volumen razstopine}) \times 100$$

3. Masno-volumski

$$(w/v) =$$

$$(\text{masa topljenca v gramih} / \text{volumen razstopine v mL}) \times 100$$