

## KRYTERIA WYBORU W PLANOWANIU I REALIZACJI ANALIZ CHEMICZNYCH

ANALTYKA OBEJMUJE WIELE ASPEKTÓW BADANIA MATERII. PRAWIDŁOWO POSTAWIONE ZADANIE ANALITYCZNE WSKAZUJE ZAKRES POŻĄDANEJ INFORMACJI, KTÓREJ SŁUŻY PLANOWANY PROCES ANALITYCZNY

### ZAKRES INFORMACJI ANALITYCZNEJ

1. **Badanie składu układów materialnych.** odpowiada na pytanie – **co?** – w *analizie jakościowej* oraz – **ile?** – w *analizie ilościowej*;
2. **Badanie struktury cząsteczek i ciał stałych.** Wyniki *analizy strukturalnej* informują o konfiguracji i konformacji cząsteczki związku chemicznego. Analiza strukturalna może nieść informacje **jakościowe** (o rodzaju i sposobie połączeń: atomów, grup funkcyjnych). W wyniku tej analizy uzyskuje się wzory strukturalne badanych związków. Analiza strukturalna **ilościowa** pozwala określić pełną, przestrzenną strukturę cząsteczki (odległości między atomami i kąty między wiązaniami). Informacja o strukturze ciał stałych i danych o komórkach elementarnych kryształu – **analiza krystalograficzna**. Uzyskujemy odpowiedź na pytanie – **jaka jest struktura?**;
3. **Badanie przemian zachodzących w czasie i przestrzeni w obrębie analizowanych cząsteczek.** Wyniki *analizy procesowej* lub *dynamicznej* – badanie przebiegu przemian chemicznych i fizycznych, procesów biochemicznych i technologicznych zachodzących w próbce w zależności od czasu. *Analiza procesowa dwuwymiarowa* określa zmiany ilości składników w zależności od czasu. *Analiza procesowa trójwymiarowa* odpowiada na pytanie, jakie składniki występują w próbce i jak się zmienia ich zawartość w czasie? Uzyskujemy odpowiedź na pytanie ogólne – **jak przebiega?**;
4. **Analiza niejednorodności ciał stałych.** Odpowiedzi na pytanie – **gdzie?** – dostarcza *analiza rozmieszczenia*. Polega ona na kolejnych analizach punktowych wielowymiarowych. Badania dotyczą powierzchni ciał stałych – w *analizie powierzchni* lub objętości – w *analizie mikroobszarów*;
5. **Ustalanie form występowania pierwiastków w przyrodzie** – *specjacja* odpowiada na pytanie – **w jakiej postaci** występuje pierwiastek w środowisku lub w organizmie żywym?

## ETAPY PRACY NAD PLANOWANIEM PROCESU ANALITYCZNEGO KRYTERIA WYBORU W KOLEJNYCH ETAPACH

1. **Proces analityczny rozpoczyna się od postawienia problemu i kończy się na analizie wyników i przygotowaniu raportu.**
2. **Wyborem metody analitycznej, zastosowanej do rozwiązania konkretnego zadania, kierują różne potrzeby i ograniczenia.**
3. **Wybór zależy od: właściwości analizowanej próbki; od zakresu postawionego zadania analitycznego; od możliwości realizacji zadania, z zachowaniem jakości wyników.**

4. Proces analityczny rozpoczyna się od postawienia problemu i kończy się na analizie wyników i przygotowaniu raportu.
5. Wyborem metody analitycznej, zastosowanej do rozwiązania konkretnego zadania, kierują różne potrzeby i ograniczenia.

CHARAKTERYSTYKA PROCESU ANALITYCZNEGO:

postępowanie analityczne ♥; metoda analityczna ♠; zasada pomiaru ♣

PROCES ANALITYCZNY		
ŹRÓDŁO INFORMACJI	BADANY OBIEKT	FORMUŁOWANIE PROBLEBU ANALITYCZNEGO
		POBIERANIE PRÓBK ♥
	PRÓBKA	
SELEKCJA INFORMACJI		PRZYGOTOWANIE PRÓBK ♥ ♠
	OBIEKT POMIARU	
		POMIAR ♥ ♠ ♣
	WYNIK POMIARU	
PRZETWARZANIE INFORMACJI		INTERPRETACJA WYNIKU ♥ ♠
	WYNIK ANALIZY	
		RAPORT

#### ZAKRES WSPÓŁPRACY ZLECENIODAWCY I ANALITYKA W KOLEJNYCH ETAPACH REALIZACJI PROCESU ANALITYCZNEGO

Ogólne określenie problemu (Z)

Określenie analitycznych aspektów problemu (Z,A)

Wybór procedury analitycznej (A,Z)

Pobieranie próbek (Z+A)

Przygotowanie próbki (A)

Pomiar (A)

Obróbka wyniku (A)

Wnioskowanie (A)

Sprawozdanie końcowe (A,Z)

# KRYTERIA WYBORU I ŹRÓDŁA INFORMACJI W KOLEJNYCH ETAPACH REALIZACJI PROCESU ANALITYCZNEGO

## KRYTERIUM I – WYMAGANIA I POTRZEBY

### 1. INFORMACJE KONIECZNE DO SFORMUŁOWANIA PROBLEMU (Z):

- a. Jakiego zakresu informacji analitycznej dotyczy zadanie?
- b. Czy badana będzie pojedyncza próbka, czy seria prób?
- c. Jaka jest ilość i dostępność materiału?
- d. Jaki jest stan skupienia materiału?
- e. Jaki jest dopuszczalny czas analizy?
- f. Jaka jest dopuszczalna niepewność pomiarów?
- g. Jaka jest dopuszczalna wysokość kosztów analizy?

*Odpowiedź na te pytania pozwala na racjonalne podejmowanie dalszych wyborów i ustalanie ich kryteriów*

### 2. INFORMACJE ZAWARTE W ZLECENIU

- a. *Rodzaj oczekiwanej informacji* – jakościowa, ilościowa, strukturalna, wymagana precyzja i dokładność oznaczeń;
- b. *Wielkość próbki i zawartość analitu w próbce* – wybieramy metody wystarczająco czułe oraz z użytecznym zakresem oznaczalności;
- c. *Obecność innych składników próbki (matryca)* – wybieramy metody selektywne lub/i specyficzne, w których sygnał jest generowany tylko przez analit, lub nie występuje interferencja składników towarzyszących;
- d. *Rodzaj, charakter i budowa analitu* – wybieramy te techniki, które oparte są na obserwacji zjawisk fizycznych lub chemicznych, generowanych przez analit w warunkach metody. Prawie każda właściwość fizyczna lub fizykochemiczna charakteryzująca dany pierwiastek lub związek może być podstawą jego analizy metodami klasycznymi lub instrumentalnymi;
- e. *Możliwość zastosowania analizy niszczącej lub konieczność oszczędzenia próbki*;
- f. *Oczekiwany termin wykonania analizy*;
- g. *Koszt analizy*;
- h. *Możliwości techniczne laboratorium, posiadany sprzęt i aparatura*.

## KRYTERIUM II - WYBÓR TECHNIKI I METODY ANALITYCZNEJ (Z, A)

**Technika analityczna – grupa metod analitycznych wykorzystujących to samo zjawisko fizyczne.**

**Metoda analityczna – sposób oznaczania analitu za pomocą danej techniki.**

**1. Wybór techniki analitycznej** oparty jest głównie na cechach charakterystycznych materiału przeznaczonego do badania:

- a. budowa chemiczna analitu;
- b. cechy fizykochemiczne analitu;
- c. reaktywność chemiczna analitu.

Pozwalają na wybór techniki na podstawie możliwości oddziaływań analitu ze środowiskiem analizy.

**2. Wybór konkretnej metody analitycznej** oparty jest na bardziej szczegółowych informacjach o metodzie, próbce oraz analizie.

- a. selektywność odczynnika i metody – dla niewielkich ilości analitu w próbce;
- b. specyficzność odczynnika i metody – dla badania tylko jednego składnika próbki;
- c. uniwersalność metody – dla oznaczania wielu składników.
- d. czułość metody – zależna od zawartości składnika próbki, ważna dla wymaganej wykrywalności i oznaczalności analitu;
- e. dokładność i precyzja metody

**Pozwalają na wybór metody dla osiągnięcia oczekiwanej informacji jakościowej lub ilościowej i wiarygodnego wyniku na oczekiwanym poziomie zmian stężenia.**

**3. Podział metod wg sposobu oznaczeń końcowych**

- a. Metody oparte na chemicznych reakcjach analitycznych, których podstawą są zjawiska chemiczne (reakcje analityczne)
- b. Metody oparte na właściwościach fizycznych, głównie na oddziaływaniu promieniowania elektromagnetycznego z próbką
- c. Metody oparte na właściwościach fizycznych, głównie na oddziaływaniu promieniowania elektromagnetycznego z próbką

- d. Metody oparte na pomiarze promieniowania powstającego w wyniku reakcji jądrowych ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) Polegają na pomiarze promieniowania jądrowego emitowanego przez naturalne i sztuczne izotopy promieniotwórcze. Również efekty naświetlania badanej próbki promieniowaniem jądrowym.
- e. Metody rozdzielcze służące wyizolowaniu substancji, jej identyfikacji i oznaczeniu, dzięki zróżnicowanej odpowiedzi specyficznych substancji na warunki rozdziału.
- f. Metody oparte na innych zjawiskach fizycznych

### **KRYTERIUM III – WYBÓR PROCEDURY ANALITYCZNEJ (A,Z)**

**Procedura analityczna jest to szczegółowy sposób postępowania od pobrania próbki do interpretacji wyników, który uwzględnia:**

- a. wielkość i szczegółowe warunki pobierania próbki;
- b. potrzebę izolowania analitu i szczegółowe warunki przygotowania próbki;
- c. używane stężenia, objętość i czystość odczynników;
- d. szczegółowe warunki i sposób wykonania pomiaru;
- e. sposób przedstawienia wyników (np. wykresy);

**Procedury opisane są w normach i instrukcjach. Jeśli są dostępne, należy ich bezwarunkowo przestrzegać.**

### **KRYTERIUM IV – POBIERANIE PRÓBEK (Z+A)**

#### ***PRÓBKA REPREZENTATYWNA I ANALITYCZNA***

#### **ZASADY OGÓLNE**

1. Analiza chemiczna jest zwykle przeprowadzana dla niewielkiej części obiektu badanego nazywanego próbką.
2. Pobranie próbki jest pierwszym etapem procedury analitycznej, opartym na wynikach formułowania problemu oraz rodzaju obiektu badanego.
3. Niezbędne w procesie analitycznym jest pobranie próbki reprezentatywnej, posiadającej właściwości badanego obiektu.
4. Pobranie próbki jest operacją, w której uzyskiwana jest próbka reprezentatywna.
5. Wyborowi podlega strategia pobierania próbki, która jest decydująca dla jakości ostatecznego wyniku analizy.

6. Jakość i przydatność informacji analitycznej nie będzie lepsza niż jakość pobranej próbki, która zależy od trafności wyboru strategii pobierania.
7. W przypadku ciągłego pobierania próbek oraz przygotowania próbek biologicznych i mikrobiologicznych stosowane są specjalne techniki.
8. Wielkość próbki, którą należy pobrać, zależy od zakresu oznaczalności metody analitycznej i zawartości oznaczanego składnika w próbce.

**1. Właściwości badanego obiektu wpływające na sposób pobrania i postępowania z próbka:**

- a. stan skupienia (ciało stałe, ciecz, gaz),
- b. skład fazowy,
- c. jednorodność,
- d. wielkość,
- e. twardość,
- f. lotność,
- g. trwałość,
- h. obiekt przeznaczony do analizy ciągłej lub do pojedynczego pomiaru.

**2. STRATEGIE POBIERANIA PRÓBKI Z OBIEKTU O CHARAKTERZE NIEJEDNORODNYM:**

- a. **Losowe pobieranie próbek** - próbki są pobierane z całego obiektu badanego z losowym wyborem miejsca pobrania.
- b. **Systematyczne pobieranie próbek** - próbki są pobierane w oparciu o zadany schemat geometryczny lub czasowy.
- c. **Warstwowe pobieranie próbek** - obiekt badany dzielony jest najpierw na części – warstwy. W każdej warstwie odbywa się dalsze, losowe pobieranie próbek.
- d. **Reprezentatywne pobieranie próbek** - badany obiekt dzielony jest wstępnie na części. Z każdej części pobierane są próbki w ilości proporcjonalnej do jej wielkości. Każda część jest reprezentowana proporcjonalnie.

**3. KOLEJNOŚĆ POBIERANIA PRÓBEK**

- a. **Najmniejsza próbka reprezentatywna**, której struktura nie różni się zasadniczo, pod względem badanej cechy od populacji generalnej (dobór procedury postępowania z materiałem niejednorodnym dla uzyskanie próbki reprezentatywnej);

- b. *Próbka laboratoryjna* przeznaczona do prowadzenia procedury analitycznej;
- c. *Próbka analityczna* w całości przeznaczona do jednego oznaczenia lub wykorzystywana bezpośrednio do badania.

## **KRYTERIUM V – PRZETWARZANIE PRÓBKII (A)**

### *WSTĘPNA OBRÓBKA I KONDYCJONOWANIE PRÓBKII*

1. *Próbki muszą zostać przekształcone w postać odpowiednią do zastosowania wybranej techniki i metody.*
  - a. Większość metod analitycznych wymaga przeprowadzenia próbki do roztworu (grawimetria, miareczkowanie, spektrofotometria UV-Vis, spektrofluorymetria, fotometria płomieniowa, absorpcyjna spektrometria atomowa, potencjometria, konduktometria, elektrograwimetria, kulometria, polarografia, voltamperometria, metody rozdzielcze, większość metod optycznych).
  - b. Nieliczne metody pozwalają badać próbki w postaci stałej lub w roztworze (spektrofotometria IR, spektrometria mas, spektroskopia fluorescencji rentgenowskiej).
2. *Przygotowanie próbki do przeprowadzenia wybranej metody analitycznej może wymagać różnych czynności: rozpuszczanie; oddzielanie analitu od matrycy; przekształcanie analitu w inną postać chemiczną.*
  - a. Przeprowadzenia próbki do roztworu. Jest to jedna z najczęściej wykonywanych procedur. Zależnie od rodzaju analitu i wymagań metody może być prowadzone jako: **rozpuszczanie** (w rozpuszczalniku, który nie zakłóci przebiegu analizy i nie zanieczyści analitu); **roztwarzanie**, gdy analit nie jest rozpuszczalny w wodzie i rozpuszczalnikach organicznych w wystarczającym stopniu; **stapianie próbek**, gdy substancja nieorganiczna nie ulega działaniu kwasów lub alkaliów; **mineralizacja**, w celu oznaczenia składników nieorganicznych w próbkach organicznych, powoduje usunięcie części organicznej.
3. *Wszystkie procesy poza rozpuszczaniem zachodzą z udziałem przemian chemicznych. Próbka ulega rozkładowi.*
  - a. Wydzielanie, rozdzielanie i zateżanie analitu. Obejmuje wiele różnych, nierzadko złożonych czynności jak: **sączenie, strącanie, wirowanie, ekstrakcja, krystalizacja, chromatografia, destylacja, absorpcja, adsorpcja, filtracja, dializa** i inne.
  - b. Maskowanie czynników zakłócających pomiar
  - c. Derywatyzacja analitu

## **KRYTERIUM VI – POMIAR (A)**

- 1. Po dokonaniu wyboru metody analitycznej, sposób przeprowadzenie pomiaru jest zasadniczo ustalony. Decyzja w zakresie postępowania dotyczy wyboru:*
  - a. ogólnie stosowanej techniki analitycznej;
  - b. pomiaru z zastosowaniem techniki sprzężonej

## **KRYTERIUM VII – OPRACOWANIE WYNIKÓW POMIAROWYCH (A)**

- 1. Opracowanie jakości wyników pomiarowych opiera się na znanych zasadach walidacji metod.*
- 2. Czynności związane z opracowaniem wyniku projektowane są w zakresie potrzeb zadania analitycznego – możliwości wyjaśnienia problemu.*
- 3. Wprowadzane są elementy porównania z wynikami innych analiz.*
  - a. ocena statystyczna wyników;
  - b. oszacowanie błędów pomiarowych;
  - c. oszacowanie błędów całego procesu analiz
  - d. analiza chemometryczna.

## **KRYTERIUM VIII – INTERPRETACJA WYNIKÓW (A)**

- 1. Interpretacja wyników jest etapem procesu analitycznego, bezpośrednio poprzedzającym przygotowanie sprawozdania.*
- 2. Formułowanie wniosków z analizy otrzymanych wyników nie jest konieczne i odbywa się na życzenie zleceniodawcy.*
- 3. Odpowiedniej interpretacji wyników służy pełna dokumentacja każdego etapu procedury analitycznej.*

## **KRYTERIUM IX – PRZYGOTOWANIE RAPORTU KOŃCOWEGO (Z+A)**

- 1. Wybór elementów składowych i poziomu szczegółowości raportu końcowego zależy od wymagań zleceniodawcy i sformułowania zadania.*

## **KRYTERIUM X – EKONOMICZNE (Z+A)**



- a. Skład matrycy interferencji spektralne można eliminować stosując aparaturę o większej zdolności rozdzielczej
- b. Przewidywane koszty inwestycyjne. Planowanie najlepszego wykorzystania aparatury (czas pracy, zakupienie, zlecenie).
- c. Przewidywanie kosztów eksploatacyjnych (odczynniki, energia, koszty techniczne).
- d. Przewidywanie kosztów osobowych (proste metody związane z kosztami osobowymi, czy zautomatyzowane, szkolenie personelu).
- e. Kryterium ochrony środowiska (minimalizacja ścieków i odpadów).
- f. Stosowanie metod nieniszczących (analiza kryminalistyczna, analiza sądowa, materiały cenne i zabytkowe)