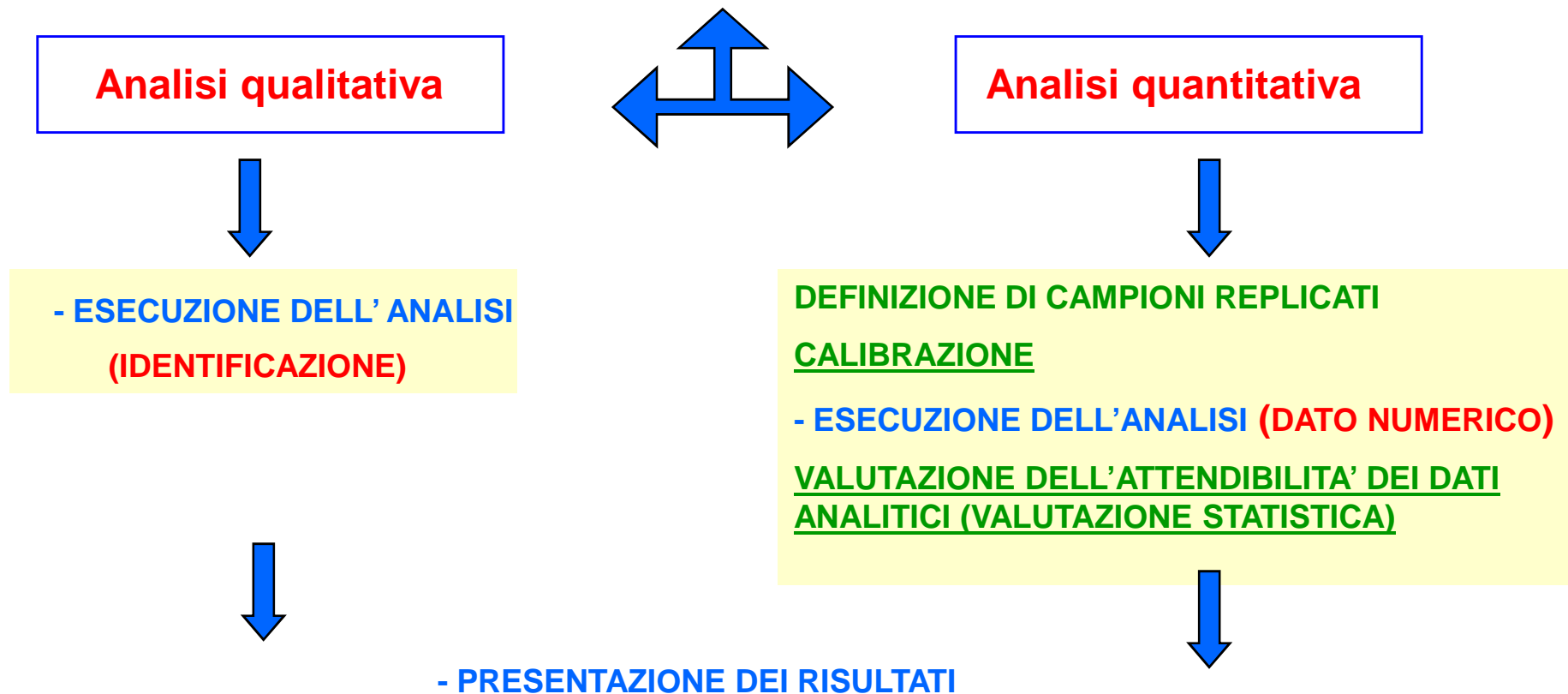


## **2. IL PROCESSO ANALITICO**

# IL PROCESSO ANALITICO

In entrambe le analisi, **qualitativa e quantitativa**, l'informazione desiderata viene ottenuta percorrendo un **processo strutturato** in piu' fasi.

- DEFINIZIONE DEGLI OBIETTIVI
- SCELTA DEL METODO ANALITICO
- CAMPIONAMENTO
- PREPARAZIONE DEL CAMPIONE PER L'ANALISI



## DEFINIZIONE DEGLI OBIETTIVI

- E' necessario effettuare un'analisi **qualitativa** o **quantitativa** ?
- Interessano **tutti i componenti del campione** o solo **alcuni** ?

## SCELTA DEL METODO ANALITICO

Una stessa informazione analitica puo' essere spesso raggiunta con metodi analitici differenti.

- **Intuito ed esperienza**
- **Livello di accuratezza** o **attendibilita'** richiesto (grado di concordanza tra il risultato della misurazione e il valore vero)
- **Tempo** a disposizione
- **Economicita'** del metodo
- **Numero** di campioni da analizzare
- **Complessita'** del campione da analizzare

## CAMPIONAMENTO O PRELIEVO DEL CAMPIONE

Rappresenta una delle fasi piu' difficili dell'analisi e puo' essere fonte degli errori piu' grandi.

L'analisi si conduce su un **campione** che deve essere **rappresentativo** del materiale stesso, cioe' la composizione % deve rappresentare fedelmente quella della massa di materiale da cui e' stato prelevato.

### Analisi di gas o soluzioni

composizione **omogenea** (la composizione e' identica in tutte le sue parti)

### Analisi di sostanze solide

la composizione puo' essere **eterogenea** (la composizione del materiale puo' variare da una zona all'altra). In tal caso e' necessario procedere a un'accurata omogenizzazione prima di effettuare il prelievo.

Le sostanze solide vanno **macinate** per ridurre la grandezza delle particelle e quindi **miscelate** con cura per assicurare omogeneita'.

Il campione prelevato viene suddiviso in piu' porzioni, dette **aliquote**, per poter ripetere e controllare un'analisi.

L'**aliquota** costituisce il **campione analitico**, ossia la porzione di campione impiegata per l'effettuazione dell'analisi.

## PREPARAZIONE DEL CAMPIONE PER L'ANALISI

Convertire il campione e l'analita in una forma adatta all'analisi

Preconcentrare il campione

Eliminare le sostanze **interferenti**

Dipende strettamente dall'analita, dal tipo di matrice e dal metodo di analisi prescelto.

La varietà dei materiali da sottoporre ad analisi fa sì che solo in pochi casi, dopo il campionamento, il campione possa essere direttamente sottoposto ad indagine. Quasi sempre occorre effettuare un trattamento preliminare, che a volte consiste in un **attacco chimico e/o fisico del campione** per prepararlo all'analisi.

Le sostanze che ostacolano la misura diretta della concentrazione di analita vengono chiamate **interferenze** e spesso devono essere rimosse prima dell'esecuzione dell'analisi.

I metodi più moderni impiegano sempre più frequentemente tecniche strumentali capaci di distinguere il segnale dell'analita da quello dell'interferente.

Le tecniche o le reazioni che vanno bene solo per una singola specie o analita sono dette **specifiche**.

Le tecniche o le reazioni che vanno bene solo per pochi analiti sono dette **selettive**.

## ESECUZIONE DELL'ANALISI

**Raccolta del dato sperimentale** vero e proprio.

**Nodo centrale di tutto il processo** e richiede un adeguato livello di abilità da parte dell'operatore

## PRESENTAZIONE DEI RISULTATI

I **risultati** devono essere esposti in modo chiaro insieme a tutti gli **aspetti operativi essenziali** per il controllo e l'eventuale ripetizione della procedura da parte di altri. Inoltre, in relazione alle finalità dell'analisi può darsi che i risultati debbano essere accompagnati da commenti e pareri tecnici.

## DEFINIZIONE DI CAMPIONI REPLICATI

I **campioni replicati** sono porzioni di materiale le cui masse o volumi sono stati definiti da accurate misure con una bilancia analitica o con un preciso dispositivo volumetrico che vengono sottoposte ad un processo analitico nello stesso tempo e seguendo le stesse procedure.

L'ottenimento di **dati replicati** sui campioni conferma la qualità dei risultati e fornisce una misura della loro attendibilità.

## CALIBRAZIONE

I risultati di un'analisi quantitativa dipendono dalla **misura finale X** di una **proprietà chimico-fisica** correlabile quantitativamente all'analita.

**X** deve variare in modo noto e riproducibile (idealmente proporzionale, **k**) con la concentrazione dell' analita (**Ca**).

$$X = k Ca$$

**La calibrazione e' la determinazione della costante di proporzionalita' k**

**k** e' determinata sperimentalmente con standard chimici dei quali e' nota la **Ca** (metodo empirico)

**STANDARD CHIMICO**: analita puro o una matrice contenente una quantita' accuratamente nota di esso.



## VALUTAZIONE DELL'ATTENDIBILITA' DEI DATI ANALITICI

Un risultato analitico è incompleto se manca una **stima della sua attendibilità**.

Lo sperimentatore deve fornire una certa misura delle incertezze associate ai risultati calcolati.



## TRATTAMENTO STATISTICO DEL DATO