

I. Ogólna charakterystyka ilościowych metod badania substancji

Analiza ilościowa zajmuje się określaniem zawartości jednego bądź kilku składników znajdujących się w badanej substancji. Odpowiada więc na pytanie - *Ile określonego składnika znajduje się w badanej próbce?* Podczas badań ilościowych bardzo istotne jest również pytanie - *Z jaką dokładnością ma być oznaczony składnik?* Z inną dokładnością jest oznaczana zawartość amin lub fenoli w barwnikach spożywczych, a z inną zawartość P₂O₅ w superfosfacie. W zależności od żądanej dokładności dobiera się właściwą metodę analizy. Dokładność metody określa różnica między otrzymanymi (średnimi) wynikami badań a wartością rzeczywistą. Metoda dokładna daje wyniki bliskie wartości rzeczywistej. Metody analityczne można prowadzić w różnych skalach, zależnie od wielkości próbki. W tabeli są przedstawione skale metod ilościowych i odpowiadające im masy próbek.

Tabela. Skale metod ilościowych

Nazwa metody ilościowej		Masa próbki [g]
wg IUPAC	potocznie	
decygramowa	makrometoda	$>10^{-1}$
centygramowa	półmikrometoda	$10^{-1} - 10^{-2}$
miligramowa	mikrometoda	$10^{-2} - 10^{-3}$
mikrogramowa	submikrometoda	$10^{-3} - 10^{-4}$
nanogramowa	ultramikrometoda	$<10^{-4}$

Wymienione w tabeli metody opierają się na tych samych zasadach (takie same zjawiska chemiczne bądź zjawiska fizyczne), różnią się natomiast techniką wykonania i wielkością sprzętu laboratoryjnego. Odrębne zagadnienie stanowi badanie próbki, w której zawartość składnika jest bardzo mała, poniżej 0,01%. Większość typowych metod analitycznych odznacza się zbyt małą dokładnością, aby mogły być stosowane w takich badaniach. Tak małe stężenia składnika jest określane pojęciem *śladu*, a analiza próbek z bardzo małą zawartością badanej substancji jest nazywana **analizą śladową**. Wykonanie badania próbek ze śladową ilością składnika rozpoczyna się na ogół od zwiększenia jego stężenia; osiąga się to różnymi metodami. Może to być ekstrakcja, współstrącanie z nośnikiem, oddestylowanie składnika, o ile oznacza się dużą lotnością, zateżnianie na jonitach. Po zwiększeniu stężenia składnika dalsze etapy analizy przeprowadza się typowymi metodami.

Metody analizy ilościowej dzieli się na dwa podstawowe rodzaje - analizę klasyczną (chemiczną) i instrumentalną. Analiza klasyczna jest oparta na reakcjach chemicznych i dzieli się z kolei na analizę wagową i objętościową (miareczkową). W metodach instrumentalnych wykorzystuje się natomiast zjawiska fizyczne lub fizykochemiczne oraz odpowiednią aparaturę pomiarową. W tabeli jest przedstawiony podział ilościowych metod analitycznych.

Tabela. Podział ilościowych metod analitycznych

Nazwa metody	Wielkość mierzona	Podstawowy sprzęt lub aparatura
Chemiczna		
Wagowa	masa przereagowanej próbki	waga analityczna
Miareczkowa: – alkaucymetria – redoksymetria	objętość roztworu: zobojętniającego próbkę ilościowo zmieniającego	biureta

– strąceniowa	liczbę utlenienia składnika próbki	
– kompleksometria	ilościowo wytrącającego składnik próbki w postaci osadu	
	ilościowo wiążącego składnik próbki w trwały kompleks	
Instrumentalna		
Optyczna:		
– refraktometria	współczynnik załamania światła	refraktometr
– polarymetria	kąt skręcenia płaszczyzny światła spolaryzowanego	polarymetr
– nefelometria	natężenie światła rozproszonego	nefelometr
– turbidymetria	wartość rozproszenia promieniowania	nefelometr
Spektroskopowa:		
– absorpcyjna	absorpcja promieniowania	spektrofotometr
– emisyjna	emisja promieniowania	fotometr płomieniowy
Elektroanalityczna:		
– konduktometria	przewodność elektrolityczna (konduktywność)	konduktometr
– potencjometria	potencjał elektrody wskaźnikowej	potencjometr
– elektrogravimetria	masa substancji wydzielonej na elektrodzie	elektrolizer
– polarografia	natężenie prądu przepływającego między elektrodami	polarograf
Chromatografia	stopień rozdzielania składników	chromatograf

Metody instrumentalne w porównaniu z metodami chemicznymi odznaczają się szybkością wykonania i obiektywnością pomiaru (najczęściej za pomocą miernika elektrycznego). Dodatkową zaletą tych metod jest możliwość łatwej automatyzacji i przetwarzania ich na metody ciągłe. Pozwala to na stałą kontrolę przebiegu procesów przemysłowych. Metody chemiczne są jednak dokładniejsze i niezastąpione przy przygotowywaniu wzorców stosowanych następnie w analizach instrumentalnych. Metody instrumentalne należą w większości do metod porównawczych w przeciwieństwie do metod chemicznych, które są metodami absolutnymi.

W metodach porównawczych dokonuje się pomiaru określonej wielkości w próbce i porównuje z wartością tej samej wielkości we wzorcu. W metodach absolutnych bezpośrednio określa się wielkość mierzoną, np. stężenie jonów siarczanowych można badać wagowo lub nefelometrycznie. Pierwsza z tych metod jest absolutna. Strąca się jon siarczanowy w postaci osadu BaSO_4 i na podstawie jego masy określa się zawartość jonu SO_4^{2-} . W metodzie nefelometrycznej bada się natężenie światła rozproszonego w zawiesinie BaSO_4 i porównuje go z natężeniem światła przechodzącego przez wzorzec.

Wykonanie analizy ilościowej określonej substancji składa się z kilku etapów. Pierwszym jest pobranie odpowiedniej próbki w ściśle określony sposób. Próbka musi być tak dobrana, aby jej skład odpowiadał średniemu składowi całej partii badanego materiału. Pobiera się zawsze kilka lub kilkanaście tzw. próbek pierwotnych z różnych opakowań tego samego materiału, a jeżeli materiał nie jest pakowany, to pobiera się próbki z różnych miejsc hałdy, wagonu lub innego miejsca przechowywania substancji. Odpowiednie przepisy zamieszczone w Polskich Normach określają dokładnie sposoby pobierania różnego rodzaju materiałów. W drugim etapie przygotowuje się pobraną próbkę w taki sposób, aby powstała tzw. średnia próbka laboratoryjna. Przygotowanie to polega przede wszystkim na odpowiednim rozdrobieniu i wymieszaniu próbki, podzieleniu jej na kilka części o odpowiedniej masie. W następnym etapie nadaje się próbce postać dogodną do analizy, najczęściej sporządza się odpowiedni roztwór. Z przygotowanego roztworu pobiera się próbki przeznaczone do badania określonych składników materiału. Ostatnią fazą badania są obliczenia i ocena wyniku analizy.