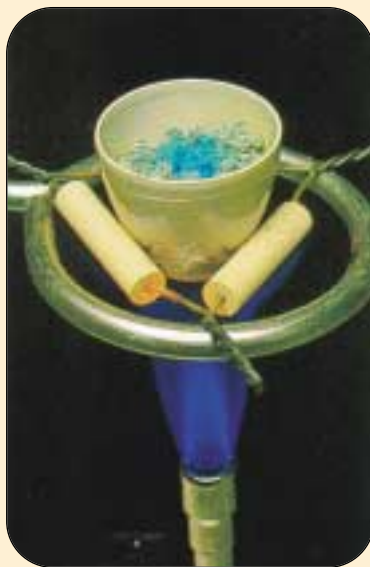


Κεφάλαιο 5



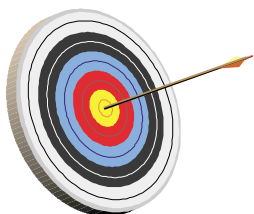
Σύντηξη:
Δακτύλιος, τρίγωνο
στήριξης, χωνευτή-
ριο, λύχνος

Ετοιμασία Δείγματος

Γενική Ανάλυση

κεφάλαιο 5

Ετοιμασία Δείγματος Γενική Ανάλυση



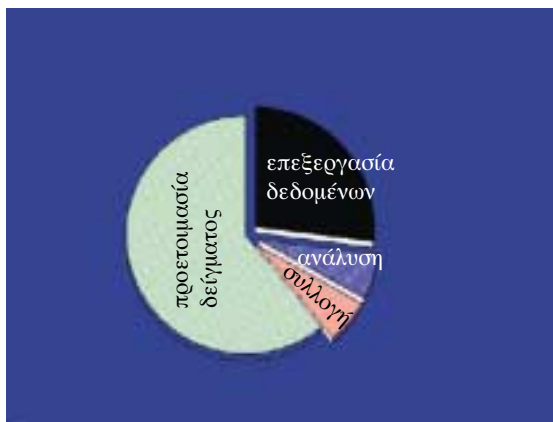
Στο τέλος του κεφαλαίου αυτού
θα πρέπει να έχετε μάθει:

- ✓ Να επιλέγετε την κατάλληλη μέθοδο εργασίας ανάλογα με το προς ανάλυση δείγμα και με το συστατικό που καλείσθε να προσδιορίσετε.
- ✓ Να διαλυτοποιείτε ένα δείγμα.
- ✓ Να εφαρμόζετε τις γνώσεις σας για να χειριστείτε κάποιο άγνωστο δείγμα.
- ✓ Να χρησιμοποιείτε τις γνώσεις σας από τη γενική, αναλυτική και ποσοτική χημεία για να καταλήγετε στην καλύτερη μέθοδο εργασίας.
- ✓ Να σχεδιάζετε και να πραγματοποιείτε ποσοτικές αναλύσεις επιλέγοντας την καλύτερη, ταχύτερη και οικονομικότερη μέθοδο και αξιοποιώντας τον εργαστηριακό εξοπλισμό.
- ✓ Να καταγράφετε και να αναλύετε σωστά τα αποτελέσματά σας και να εφαρμόζετε όσα διδαχθήκατε στο δεύτερο κεφάλαιο για τη σωστή παρουσίαση των αποτελεσμάτων και να συστηματοποιείτε την εργασία σας εκμεταλλευόμενοι το χρόνο εργασίας.
- ✓ Να καταλήγετε σε τεκμηριωμένα συμπεράσματα και να απαντάτε στα αναλυτικά προβλήματα με σαφήνεια και επιστημονική ακρίβεια.

5.1 ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΡΓΑΣΙΑΣ ΑΝΑΛΟΓΑ ΜΕ ΤΗ ΦΥΣΙΚΗ ΚΑΤΑΣΤΑΣΗ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Η προετοιμασία του δείγματος. Γενικά

Η προετοιμασία του δείγματος είναι σήμερα η πιο χρονοβόρα, κοπιαστική και η πλέον πιθανή πηγή σφαλμάτων σε μια ανάλυση. Είναι επιπλέον μια εργασία που απαιτεί την πιο μεγάλη εμπειρία στην όλη πορεία της ανάλυσης.



Σχήμα 5.1: ...πάνω από 60% του χρόνου ανάλυσης καταναλώνεται στην προετοιμασία του δείγματος.

Ανεξάρτητα από το αν το δείγμα είναι απλό ή πολύπλοκο η όλη πορεία προετοιμασίας ακολουθεί πέντε γενικές αρχές. Έτσι:

1. Η προετοιμασία πρέπει να γίνει χωρίς **απώλειες** ποσότητας της ουσίας ή των ουσιών που προσδιορίζονται.
2. Η προετοιμασία πρέπει να φέρει την ουσία που προσδιορίζεται σε τέτοια χημική και φυσική μορφή, ώστε να είναι **κατάλληλα μετρήσιμη** με τη μέθοδο που θα ακολουθηθεί.
3. Η προετοιμασία θα πρέπει, αν είναι απαραίτητο, να απομακρύνει ουσίες της **μήτρας** (matrix, το υλικό στο οποίο συνυπάρχει η ουσία π.χ. άμμος σε ένα ορυκτό), οι οποίες θα **παρενοχλούν** τη μέτρηση.
4. Η προετοιμασία πρέπει να γίνεται χωρίς να εισάγονται στο δείγμα ουσίες που θα παρεμποδίζουν τη μέτρηση και συνεπώς να **μολύνεται αυτό**.

5. Η προετοιμασία πρέπει να περιλαμβάνει, αν αυτό είναι απαραίτητο, *αραιώση ή συμπύκνωση* του διαλύματος, ώστε η συγκέντρωσή της ουσίας που προσδιορίζεται να είναι μέσα στα **όρια των δυνατοτήτων** της μεθόδου που θα εφαρμοστεί.

Το «όνειρο» κάθε αναλυτικού χημικού είναι ένα στερεό δείγμα, το οποίο να διαλύεται πλήρως στο νερό, μια μέθοδος που να απαιτεί υδατικό διάλυμα και να μην παρεμποδίζεται η μέτρηση από τις υπόλοιπες ουσίες της μήτρας. Έτσι μία διάλυση και η μέτρηση θα έφταναν. Όμως η ποικιλία των δειγμάτων και των συνδυασμών είναι μεγάλη. Στον κατωτέρω πίνακα δίνονται οι συνδυασμοί, από άποψη φυσικής κατάστασης, της ουσίας που αναλύεται και της μήτρας στην οποία αυτή βρίσκεται. Στον πίνακα λοιπόν αυτό βλέπει κανείς ότι υπάρχει μεγάλη ποικιλία συνδυασμών, η οποία γίνεται ακόμα πιο πολύπλοκη αν συνδυαστούν και η *Χημεία* δηλαδή οι ιδιότητες, φυσικές και χημικές, τόσο της ουσίας όσο και της κάθε μήτρας.

Πίνακας 5.1
Συνδυασμοί ουσίας και μήτρας

Ουσία	Μήτρα	Παράδειγμα
Στερεή	Στερεή	Ni σε χάλυβα
	Υγρή	Αιωρούμενα σωματίδια σε νερό π.χ. λίμνης
	Αέρια	Καπνός
Υγρή	Στερεή	Πετρέλαιο σε άμμο
	Υγρή	Αιθανόλη σε νερό
	Αέρια	Εκπνοή
Αέρια	Στερεή	Αργό σε ηφαιστειακό πέτρωμα
	Υγρή	Όξινη βροχή
	Αέρια	Εκπνοή

Είναι λοιπόν απαραίτητο πολλές φορές το δείγμα να υποστεί αλλαγές στη φυσική ή χημική κατάστασή του. Οι αλλαγές μπορεί να επιβάλλονται από τη μέθοδο που θα ακολουθηθεί μια και αυτή θα απαιτεί π.χ. το δείγμα να είναι υγρό ή αέριο ή στερεό. Μπορεί να επιβάλλονται από τα συστατικά της μήτρας που θα παρεμποδίζουν τη μέτρηση. Μπορεί να επιβάλλεται από την ίδια την ουσία η οποία πρέπει να μεταβληθεί σε πιο μετρήσιμη μορφή.

Στον κατωτέρω πίνακα φαίνονται οι μεταβολές (λέγονται και διεργασίες) που πρέπει να γίνουν ανάλογα με τη φυσική κατάσταση και τη μορφή του δείγματος που απαιτεί η μέθοδος που θα εφαρμοστεί.

Πίνακας 5.2
Μηχανισμοί (διεργασίες) αλλαγής κατάστασης δείγματος

Αρχικό δείγμα	Διεργασία	Τελική μορφή
Στερεό ή Υγρό	Θέρμανση με φλόγα, ηλεκτρική ενέργεια, Laser, ηλεκτρικό πεδίο	Αέριο
Στερεό	Διάλυση, τήξη, σύντηξη, πέψη, εκχύλιση	Υγρό ή διάλυμα
Αέριο	Επιφανειακή προσρόφηση, ψύξη	Στερεό
Αέριο	Συμπύκνωση, διάλυση, χημική δέσμευση	Υγρό

(Μερικοί από τους παραπάνω όρους και διεργασίες που χρειάζονται περαιτέρω ανάλυση βρίσκονται στο γλωσσάρι.)

Μέχρι τώρα ακολουθούμε μια πορεία ανάλυσης που ξεκινά από το δείγμα - παραλείπουμε ένα ακόμα σημαντικό βήμα που είναι η *δειγματοληψία*- και συνεχίζει με την *κατεργασία-προετοιμασία* του δείγματος, ώστε να έλθει σε μορφή μετρήσιμη. Δηλαδή μορφή που είναι συμβατή με τη μέθοδο και το όργανο που θα χρησιμοποιηθεί.

Παρόλο που ο αριθμός των μεθόδων που γνωρίζατε είναι περιορισμένος, μπορεί κανείς να αναφέρει ποιες από αυτές δέχονται να μετρούν δείγματα υγρά και αέρια. Υπάρχουν και μέθοδοι που δέχονται στερεά δείγματα όπως π.χ. η απορρόφηση ακτίνων Χ, η φασματοσκοπία υπέρυθρης ακτινοβολίας, οι θερμικές μέθοδοι κλπ αλλά μια και δεν αναφερθήκαμε σε αυτές ας μείνουμε μόνο σε υγρά και αέρια δείγματα. Στον κατωτέρω πίνακα δίνονται οι μορφές του δείγματος και οι συμβατές με αυτές αναλυτικές μέθοδοι.

Πίνακας 5.3

*Μορφή με την οποία εισάγεται το δείγμα
σε διάφορες τεχνικές.*

Μορφή δείγματος	Συμβατές με αυτό μέθοδοι
Υγρό ή διάλυμα	Σταθμικές Ογκομετρικές Υγρά και αέρια χρωματογραφία Φασματοφωτομετρία Ατομική απορρόφηση Ηλεκτροχημικές
Αέριο	Αέρια χρωματογραφία Ατομική απορρόφηση Φασματοφωτομετρία

5.2 ΔΙΑΛΥΤΟΠΟΙΗΣΗ.

Όπως είδατε στο προηγούμενο κεφάλαιο οι περισσότερες από τις μεθόδους που γνωρίζετε απαιτούν δείγματα υγρά ή σε μορφή διαλύματος. Βέβαια ένα υγρό μπορεί να προκύψει με τήξη ενός στερεού αλλά το τήγμα θα είναι πολύ θερμό ή πολύ πυκνό για να αναλυθεί. Τις περισσότερες φορές είναι πιο απλό το δείγμα να διαλυθεί σε νερό ή άλλο διαλύτη.

Αν η ουσία είναι διαλυτή στο νερό, το δείγμα διαλύεται σε αυτό. Η **διάλυση** υποβοηθείται με ανάδευση και ήπια θέρμανση. Τελευταίες τεχνικές χρησιμοποιούν και *υπέρηχους* για υποβοήθηση της διάλυσης. Κατά τη διάλυση είναι δυνατόν να χρειάζεται ελαφρά οξίνιση του διαλύματος έτσι ώστε να μην καταβυθίζονται μεταγενέστερα ιζήματα.

Αν το δείγμα ή μέρος του δεν διαλύεται στο νερό, πράγμα που είναι σύνηθες, για τη διαλυτοποίησή του χρειάζονται πιο έντονες συνθήκες. Η διεργασία καλείται τώρα **πέψη του δείγματος** (digestion) και περιλαμβάνει διαλυτοποίηση του δείγματος σε οξύ ή μίγμα οξέων, ή βάση ή οξειδωτικά μέσα ή ακόμα και ένζυμα. Στον κατωτέρω πίνακα δίνονται μερικά αντιδραστήρια και μίγματα ουσιών που χρησιμοποιούνται για την πέψη δειγμάτων.

Πίνακας 5.4

Αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται για την πέψη

Αντιδραστήρια		Ιδιότητες	Χρήση σε
Οξέα	Πυκνό HCl (38 % w/w)	Ήπιο αναγωγικό	Μέταλλα πλην Cu, Ag, Au, Pt.
	Πυκνό HNO ₃ (70%w/w)	Οξειδωτικό	Μέταλλα που δεν διαλύονται σε HCl (Au,Pt). Οξειδώνει οργανική ύλη.

Ετοιμασία Δείγματος Γενική Ανάλυση

	Πυκνό H_2SO_4 (98% w/w) (~ 340°)	Υψηλό σ.ζ.	Μέταλλα. Καταστρέφει τα περισσότερα οργανικά.
	Πυκνό HClO_4 (70% w/w)	Ισχυρά οξειδωτικό	Μέταλλα Να μη χρησιμοποι- είται με οργανική ύλη.
Βάσεις	NaOH	Ισχυρή βάση. Οξειδωτικό αν είναι πυκνό	Αργίλιο και μερικά οξείδια όπως ZnO SnO_2 , PbO .
Μίγματα οξέων	H_2SO_4 και HNO_3 ανα- λογία όγκων 1:4	Ισχυρό οξειδωτικό	Πλήρης καταστροφή οργανικής ύλης.
	HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4 αναλογία όγκων 3:1:1	Ισχυρό οξειδωτικό	Διάλυση των περισσότερων μετάλλων (πλην Pb).

Μια επιπλοκή στην πέψη είναι το ότι κατά κάποιο τρόπο ένα ή περισσότερα συστατικά μπορεί να είναι *πτητικά* και να μεταφέρονται μαζί με τους ατμούς που παράγονται κατά την πέψη. Βέβαια υπάρχουν προφυλάξεις, όπως κάλυψη του δοχείου -ποτήρι ζέσεως- στο οποίο γίνεται η πέψη, με ύαλο ωρολογίου. Μετά το πέρας η ύαλος εκπλένεται με ρεύμα νερού από τον υδροβολέα που οδηγείται πίσω στο ποτήρι. Αν αυτή η πτητικότητα είναι πραγματικό πρόβλημα η πέψη γίνεται σε κλειστό δοχείο ώστε να παγιδεύονται τα αέρια. Τέτοια δοχεία είναι από ανοξείδωτο χάλυβα και έχουν παχιά τοιχώματα ώστε να αντέχουν σε ψηλές πιέσεις. Λέγονται **οβίδες πέψης** χωρίς όμως ο όρος οβίδα να έχει τους κινδύνους μιας οβίδας πυροβόλου....

Αν ακόμα και η πέψη δεν αρκεί για τη διαλυτοποίηση του δείγματος υπάρχει ακόμα μια διεργασία, με πιο έντονες συνθήκες, που λέγεται **σύντηξη**. Αυτή είναι η έντονη θέρμανση του δείγματος με ένα άλας ή οξείδιο ή βάση, (χρησιμοποιείται ο όρος *flux* δηλαδή ρευστοποιητής), συνήθως στερεό σε συνήθη θερμοκρασία. Αναμειγνύεται δηλαδή το δείγμα με μια ποσότητα από το μέσο αυτό 10 - 20 φορές μεγαλύτερη. Η ανάμιξη γίνεται σε ειδικά πυρίμαχα *χωνευτήρια*, ομογενοποιείται το υλικό και το ομογενές μίγμα καλύπτεται από ακόμα ένα στρώμα του μέσου σύντηξης. Τα χωνευτήρια είναι φτιαγμένα από διάφορα υλικά με πιο σύνηθες το Λευκόχρυσο. Χρησιμοποιούνται επίσης Ni για αλκαλικές συντήξεις και Fe για συντήξεις με έντονα οξειδωτικά.

Ένα μέσο σύντηξης, ρευστοποιητής, μπορεί να είναι ένα ισχυρό οξειδωτικό μέσο ή οξύ ή βάση, το οποίο με τη θέρμανση θα δώσει ένα ομογενές τήγμα μαζί με το δείγμα. Συνήθως μετά την τήξη και ψύξη, το τήγμα διαλύεται σε κάποιο διαλύτη όπως νερό ή σε ένα αραιό οξύ. Στον παρακάτω πίνακα δίνονται τα κυριότερα μέσα που χρησιμοποιούνται για τις συντήξεις.

Πίνακας 5.5
Μέσα ρευστοποιητικά για συντήξεις.

Μέσα για σύντηξη	Ιδιότητες	Χρήσεις
Na_2CO_3 ή KNaCO_3	Βασικό	Πυριτικά και αδιάλυτα θειικά άλατα
NaOH	Βασικό	Οξείδια και θειούχα άλατα Ορυκτά Sn, Zn, Cr
Na_2O_2	Βασικό και οξειδωτικό	Χρωμοχάλυβες, ορυκτά Sb, Sn, Mo, Cr
KNO_3 KClO_3	Μαζί με Na_2CO_3 Για βασική και οξειδωτική σύντηξη	Θειούχα άλατα που δεν διαλύονται σε οξέα

Το πρόβλημα στη σύντηξη είναι το υλικό από το οποίο φτιάχνεται το χωνευτήριο. Λόγω των έντονων συνθηκών είναι δύσκολο να βρεθεί υλικό το οποίο να μην διαλύεται και αυτό. Συνήθως κατασκευάζεται από ένα καθαρό στοιχείο που δεν θα προσδιοριστεί και βέβαια δεν παρενοχλεί στις μετρήσεις. Πέρα από τα Pt, Ni και Fe που αναφέρθηκαν χρησιμοποιούνται σήμερα χωνευτήρια από καθαρό Ζιρκόνιο.

Το ποια από τις διαδικασίες της διάλυσης, πέψης και σύντηξης θα επιλέξει κανείς για τη διαλυτοποίηση του δείγματος εξαρτάται κύρια από τις χημικές ιδιότητες της ουσίας και του μητρικού υλικού (μήτρας) του δείγματος. Όμως ένας τρόπος που ακολουθείται είναι το να δοκιμάζει κανείς αρχίζοντας από τη διάλυση, περνώντας στην πέψη και αν χρειαστεί να καταλήξει στη σύντηξη. Μην ξεχνάτε ότι η τελευταία γίνεται σε έντονες συνθήκες, πράγμα που σημαίνει ότι τα μέτρα ασφαλείας πρέπει να τηρούνται σχολαστικά.

Συνοψίζοντας αναφέρουμε ότι η διαλυτοποίηση του δείγματος σκοπό έχει τη μετατροπή του σε διάλυμα, κατά κανόνα έτοιμο να μετρηθεί. Είναι ένας γενικός όρος και περιλαμβάνει τη διάλυση, που είναι η απλή διάλυση στο νερό ή σε άλλο διαλύτη σε συνήθεις συνθήκες ή με ελαφρά θέρμανση. Πιο έντονες συνθήκες επικρατούν στην πέψη όπου η διάλυση γίνεται σε οξέα ή μίγματα οξέων ή οξειδωτικά μέσα και σε υψηλότερες θερμοκρασίες. Τέλος η διαλυτοποίηση μπορεί να γίνει με σύντηξη, όπου επικρατούν εντονότερες συνθήκες και το δείγμα μαζί με μια ουσία που το ρευστοποιεί τήκονται σε πολύ υψηλή θερμοκρασία. Το τήγμα μετά την ψύξη του διαλύεται σε νερό ή αραιό οξύ.

5.3 ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΡΓΑΣΙΑΣ ΑΝΑΛΟΓΑ ΜΕ ΤΟ ΣΥΣΤΑΤΙΚΟ ΠΟΥ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΖΕΤΑΙ

Η μέθοδος που θα επιλεγεί για τον ποσοτικό προσδιορισμό κάποιου συστατικού σε ένα δείγμα εξαρτάται από διάφορους παράγοντες, μεταξύ των οποίων σημαντικοί είναι η **ποσότητα** -καλύτερα συγκέντρωση- του συστατικού που θα προσδιοριστεί και η **ακρίβεια** που απαιτείται.

Πολλές από τις υπάρχουσες μεθόδους διαθέτουν σε διάφορους βαθμούς *εκλεκτικότητα, ευαισθησία, ακρίβεια, αναπαραγωγή και ταχύτητα*. Σε αυτούς τους παράγοντες πρέπει να προστεθούν και δυο, πιο ρεαλιστικές ίσως, παράμετροι. Αυτές είναι το *οικονομικό κόστος* μιας ανάλυσης και ακόμα η διατιθέμενη εργαστηριακή υποδομή. Πίσω από όλα αυτά υπάρχει πάντα η εμπειρία και ίσως η προτίμηση του αναλυτού.

Η **σταθμική ανάλυση** συνήθως περιλαμβάνει έναν εκλεκτικό διαχωρισμό του συστατικού με καταβύθιση και τελική μέτρηση της μάζας του ιζήματος.

Στην **ογκομετρική μέθοδο** το συστατικό αντιδρά με ένα μετρούμενο όγκο ενός *πρότυπου διαλύματος και η διαδικασία* είναι γνωστή και σαν **ογκομέτρηση**. Μια αλλαγή σε κάποια φυσική (π.χ. χρώμα ενός δείκτη) ή χημική ιδιότητα (π.χ. το pH του διαλύματος) σηματοδοτεί το τέλος της αντίδρασης.

Τέλος, υπάρχει ένας μεγάλος αριθμός **ενόργανων μεθόδων** που βασίζονται στη μέτρηση μιας *φυσικής ιδιότητας* του δείγματος όπως π.χ. μια ηλεκτρική ιδιότητα ή την απορρόφηση της ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας.

Οι νεότερες ενόργανες μέθοδοι σε γενικές γραμμές στηρίζονται σε καλά μελετημένη οργανολογία και είναι πιο ευαίσθητες από τις σταθμικές και ογκομετρικές μεθόδους ανάλυσης. Συνήθως διαθέτουν αρκετή εκλεκτικότητα έτσι ώστε να μην χρειάζονται ή να χρειάζονται λίγα «βήματα» διαχωρισμών πριν από την κυρίως ανάλυση. Βέβαια σε πολλές περιπτώσεις στην τεχνική της ενόργανης ανάλυσης είναι απαραίτητος ένας διαχωρισμός. Τότε οι χρωματογραφικές τεχνικές, και κυρίως η αέρια χρωματογραφία, μπορούν να χρησιμοποιηθούν. Η τελευταία στηρίζεται στην

αλληλεπίδραση των αερίων συστατικών με μια υγρή ή στερεά στατική φάση. Στην συνέχεια τα διαχωρισμένα συστατικά μπορούν να προσδιοριστούν από ένα ανιχνευτή που δεν χρειάζεται πια να είναι εκλεκτικός.

Κάτι που επίσης βελτιώνει την απόδοση των αναλυτικών μεθόδων είναι ο *συνδυασμός* δύο μεθόδων. Αν και σε αυτό το στάδιο είναι δύσκολο να δώσει κανείς εντυπωσιακά παραδείγματα, μπορεί να πει ότι ήδη γνωρίζατε μια διεύρυνση των ογκομετρικών μεθόδων με ανίχνευση του τέλους μιας αντίδρασης με ενόργανη τεχνική. Έτσι είδατε ή διαβάσατε για αγωγιμομετρικές ή πεχαμετρικές τιτλοδοτήσεις.

Ένα ακόμα σημείο που πρέπει να προσεχθεί είναι αν η μέθοδος που θα ακολουθηθεί θα είναι *άμεση* ή *έμμεση*. Μην ξεχνάτε ότι οι περισσότερες από τις ενόργανες μεθόδους είναι έμμεσες και πρέπει να υπάρχουν πρότυπα για την βαθμονόμηση του οργάνου. Η βαθμονόμηση αυτή συνήθως καταλήγει σε μια καμπύλη αναφοράς, η οποία είναι η γραφική παράσταση των συγκεντρώσεων του προτύπου με τις ενδείξεις του οργάνου.

Μια άλλη παράμετρος που πρέπει να λαμβάνεται υπ' όψιν είναι το αν η μέθοδος είναι καταστροφική ή μη καταστροφική. Κάθε μέθοδος η οποία απαιτεί διάλυση ή τήξη επιφέρει ριζική αλλαγή στο δείγμα, το οποίο πρέπει να θεωρείται χαμένο. Αν όμως είναι ένα αρχαιολογικό εύρημα; Οι μέθοδοι που γνωρίζατε είναι όλες καταστροφικές. Δεν έπεται όμως ότι δεν υπάρχουν και μη καταστροφικές.

Συνοψίζοντας βλέπει κανείς ότι η επιλογή μιας μεθόδου, που θα ακολουθηθεί, εξαρτάται από πολλούς παράγοντες. Έτσι συνεκτιμώνται:

- η ποσότητα (οι κλασικές μέθοδοι π.χ. απαιτούν συνήθως μεγάλη ποσότητα δείγματος) και η φύση του δείγματος
- η εκλεκτικότητα (μικρή κατά κανόνα στις κλασικές μεθόδους) της μεθόδου, κυρίως αν η μήτρα που φέρει το υλικό που θα προσδιοριστεί, είναι πολύπλοκη
- ο χρόνος ανάλυσης και η δυνατότητα αυτοματοποίησης της μεθόδου. Και εδώ οι κλασικές τεχνικές υστερούν ένασσι των ενόργανων.

- το οικονομικό κόστος της μεθόδου. Εδώ οι κλασικές μέθοδοι υπερτερούν, πλεονέκτημα όμως που αίρεται, αν γίνονται αναλύσεις σειράς (μεγάλος αριθμός αναλύσεων).
- η καταστροφή ή όχι του δείγματος που έχει σε ορισμένες περιπτώσεις κυριαρχική σημασία όπως στην αρχαιολογία, χημεία διαστήματος κλπ.

Στη φάση αυτή της μελέτης της ποσοτικής ανάλυσης σπάνια θα αναγκαστεί κανείς να επιλέξει τη μέθοδο που πρέπει να ακολουθήσει. Σχεδόν πάντα καλείται να εφαρμόσει μια μέθοδο, κατά κανόνα, επίσημη όπως π.χ. από τα Αμερικάνικα πρότυπα (American Society of Testing Materials, ASTM) ή τα Ευρωπαϊκά Πρότυπα που δίνονται σε αντίστοιχα φύλλα της Ευρωπαϊκής Κοινότητας ή και από Ελληνικά Πρότυπα προερχόμενα από τον Ελληνικό Οργανισμό Τυποποίησης, ΕΛΟΤ, ή το φύλλο της Ελληνικής Κυβέρνησης, ΦΕΚ. Οι μέθοδοι αυτές περιγράφονται επίσης σε πολλά ειδικά βιβλία Αναλυτικής Χημείας που συνήθως εξειδικεύονται σε αναλύσεις π.χ. νερού, ορυκτών, μετάλλων κλπ.

Στη συνέχεια δίνεται ένας πίνακας (πίνακας 5.6) που συγκρίνει μερικές αναλυτικές μεθόδους, από αυτές που έχετε γνωρίσει, με βάση παραμέτρους που αναφέρθηκαν στην πρώτη παράγραφο του κεφαλαίου. Οι αριθμοί που δίνονται είναι σχετικοί και είναι δυνατόν να ξεπερνούνται ή να υπολείπονται σε κάποιες ειδικότερες περιπτώσεις. Όμως αντιπροσωπεύουν ένα σημαντικό μέσο όρο.

5.4 ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ

Ας προσπαθήσουμε τώρα να εφαρμόσουμε τα ανωτέρω, δηλαδή ετοιμασία δείγματος, διαλυτοποίηση και τελική μέτρηση σε ένα άγνωστο δείγμα. έτσι ας δούμε πώς μπορούμε να προσδιορίσουμε σε μια κιμωλία το περιεχόμενο ασβέστιο, Ca, χωρίς να διαθέτουμε κάποια τυποποιημένη μέθοδο ανάλυσης.

Πίνακας 5.6 Σύγκριση αναλυτικών μεθόδων						
Μέθοδος	Όρια συγκέντρωσης	Ακρίβεια*	Εκλεκτικότητα**	Ταχύτητα	Κόστος	Εφαρμογές
Σταθμική	$10^{-1} - 10^{-2}$ M	0,1%	Μέτρια	Μικρή	Μικρό	Ανόργανη
Ογκομετρική	$10^{-1} - 10^{-4}$ M	0,1-1%	Μέτρια	Μέτρια	Μικρό	Ανόργ.-Οργαν.
Φασματοφω- τομετρία	$10^{-3} - 10^{-6}$ M	2%	Καλή	Μεγάλη	Μέτριο	Ανόργ.-Οργαν.
Ατομική απορρόφηση	$10^{-3} - 10^{-9}$ M	2-10%	Καλή	Μεγάλη	Αρκετά μεγάλο	Ανοργ.
Πεχαιμετρία	$10^{-1} - 10^{-6}$ M	2%	Καλή	Μεγάλη	Μικρό	Ανόργ.
Ηλεκτρόλυση	$10^{-1} - 10^4$ M	0,01-2%	Μέτρια	Μικρή	Μέτριο	Ανόργ.-Οργαν.
Χρωματογραφία	$10^{-3} - 10^{-9}$ M	2-5%	Καλή	Μεγάλη	Μεγάλο	Οργανική

* Ακρίβεια .Αποτυπώνεται σαν ποσοστό συμφωνίας με την αληθινή τιμή

** Εκλεκτικότητα. Δυνατότητα προσδιορισμού παρονοσία άλλων ουσιών χωρίς η μέθοδος να επηρεάζεται Μικρή επίδραση του μητρικού υγρού.