

ANALISI STRUMENTALE, CALIBRAZIONE E VALIDAZIONE

Preparazione di standard di calibrazione. Una serie di standard di calibrazione per la determinazione spettrofotometrica dello ione Ni^{2+} è stata preparata trasferendo gli opportuni volumi di una soluzione madre contenente 10,0 mg/L di ione Ni^{2+} in matracci da 25,00 mL, aggiungendo i reagenti necessari e quindi portando a volume. Calcolare i volumi di soluzione madre che devono essere trasferiti per ottenere standard di calibrazione con concentrazioni finali di ione Ni^{2+} pari a (a) 1,00 (b) 2,50 e (c) 5,00 mg/L.

Volumi da trasferire: (a) 2,50 mL, (b) 6,25 mL, (c) 12,50 mL

Preparazione di standard di calibrazione. Una serie di standard di calibrazione per la determinazione mediante HPLC del fenolo è stata preparata mediante diluizioni seriali a partire da una soluzione madre contenente 1000 mg/L di fenolo. Stabilire uno schema di diluizione per preparare gli standard relativi ad una curva di calibrazione a 7 punti che copra l'intervallo di concentrazione 1 - 1000 mg/L di fenolo.

Schema di diluizione: $St_1 = 1000 \text{ mg/L}$ (madre), $St_2 = 333 \text{ mg/L}$ (dil. 1:3 St_1), $St_3 = 100 \text{ mg/L}$ (dil. 1:10 St_1), $St_4 = 33 \text{ mg/L}$ (dil. 1:3 St_3), $St_5 = 10 \text{ mg/L}$ (dil. 1:10 St_3), $St_6 = 3,3 \text{ mg/L}$ (dil. 1:3 St_5), $St_7 = 1,0 \text{ mg/L}$ (dil. 1:10 St_5)

Calibrazione esterna. La riboflavina (vitamina B_2) è una molecola fluorescente e per concentrazioni relativamente basse l'intensità di fluorescenza è proporzionale alla sua concentrazione. Per costruire una curva di calibrazione sono state analizzate soluzioni standard di vitamina B_2 ottenendo i seguenti risultati.

Conc. vitamina B_2 (mg/L)	Intensità di fluorescenza
bianco	0,5
1,6	3,5
4,5	8,3
6,0	10,1
7,5	12,8
9,0	16,3

Calcolare la concentrazione di riboflavina in una serie di campioni sapendo che la loro misura ha dato intensità di fluorescenza (non corrette) pari a (a) 2,2 (b) 6,5 (c) 10,2 (d) 20,3.

Concentrazioni calcolate: (a) < 1,6 mg/L, (b) 3,5 mg/L, (c) 5,7 mg/L, (d) > 9,0 mg/L

Calibrazione con aggiunta di standard (aggiunta singola). Nell'analisi del rame mediante spettroscopia atomica di assorbimento l'assorbanza è proporzionale alla concentrazione di ione Cu^{2+} . Calcolare la concentrazione dello ione Cu^{2+} di un campione sapendo che le sue misure effettuate prima e dopo l'aggiunta di 1,0 mg/L di ione Cu^{2+} hanno dato valori di assorbanza (non corretti) pari a 0,520 e 1,020, mentre l'assorbanza di un bianco è risultata pari a 0,100 (considerare trascurabile la variazione di volume dovuta all'aggiunta dello ione Cu^{2+}).

Concentrazione calcolata: 0,8 mg/L

Calibrazione con aggiunta di standard (aggiunta multipla). Un metodo per determinare la concentrazione di eritromicina nelle preparazioni farmaceutiche si basa sulla misura diretta dell'assorbimento UV di questa molecola. Per effettuare l'analisi mediante il metodo dell'aggiunta di standard multipla, in cinque matracci da 25,00 mL sono state prelevate

aliquote da 5,00 mL di campione ed a quattro di esse sono state aggiunte quantità crescenti di eritromicina. Tutte le soluzioni sono state poi diluite al volume finale di 25,00 mL e ne è stata misurata l'assorbanza ottenendo i seguenti risultati (le concentrazioni in tabella si riferiscono alle soluzioni finali).

<i>Conc. eritromicina aggiunta (g/L)</i>	<i>Assorbanza</i>
bianco	0,023
0,00	0,263
0,25	0,460
0,50	0,644
0,75	0,832
1,00	1,032

Calcolare la concentrazione di eritromicina (a) nella soluzione corrispondente al campione non addizionato e (b) nel campione originale.

Concentrazioni calcolate: (a) 0,32 g/L, (b) 1,60 g/L

Calibrazione interna. Nell'analisi del potassio mediante spettrometria di emissione in fiamma l'intensità di emissione è proporzionale alla concentrazione di ione K^+ . Per effettuare l'analisi mediante calibrazione interna è stato utilizzato come standard interno lo ione Li^+ . La misura di soluzioni standard di ione K^+ contenenti una concentrazione fissa (1,5 mg/L) di ione Li^+ ha fornito i seguenti risultati.

<i>Conc. K^+ (mg/L)</i>	<i>Conc. Li^+ (mg/L)</i>	<i>Emissione K^+</i>	<i>Emissione Li^+</i>
bianco	bianco	0,2	0,1
1,0	1,5	10,2	10,1
2,0	1,5	15,5	7,6
5,0	1,5	34,9	6,9
7,5	1,5	65,4	8,6
10,0	1,5	96,0	10,1
20,0	1,5	110,4	5,9

Calcolare la concentrazione di K^+ in un campione sapendo che dopo l'aggiunta di 1,5 mg/L di Li^+ la sua misura ha dato intensità di emissione (non corrette) pari a 51,5 per K^+ e 9,2 per Li^+ (considerare trascurabile la variazione di volume dovuta all'aggiunta dello ione Li^+).

Concentrazione calcolata: 5,7 mg/L