



Bevezetés

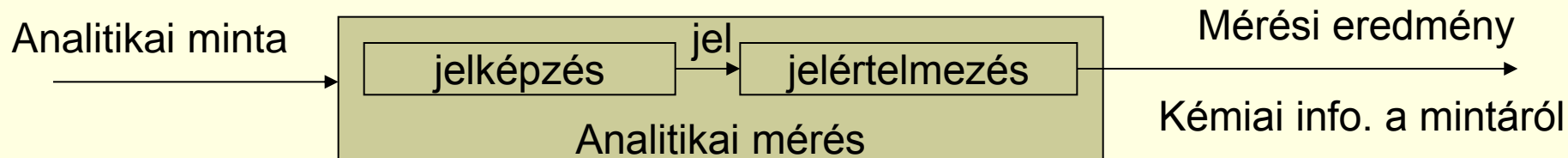
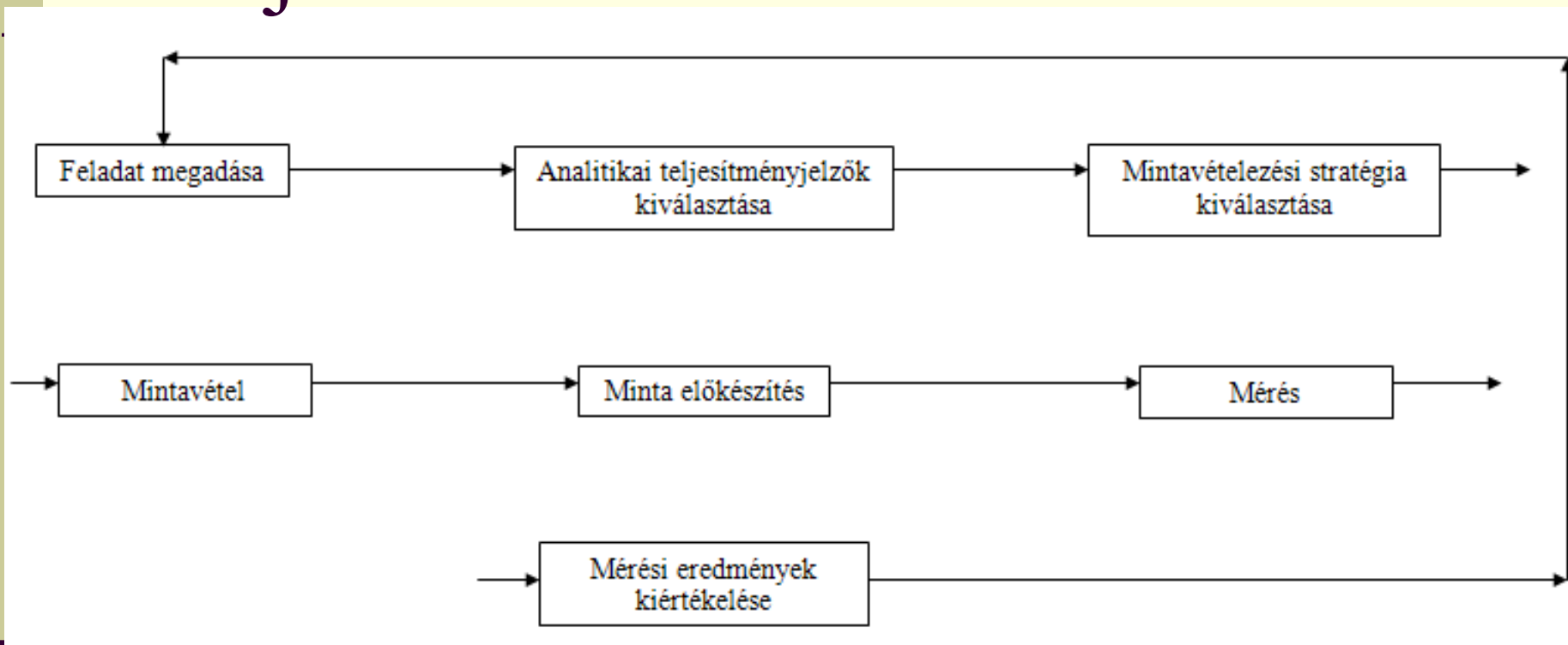
Környezeti mérések - Értelmezés

- Szűkebb értelem
 - Embert körülvevő környezet
- Tágabb értelem
 - Az ember életminőségét megszabó összes hatás
- Elemzések
 - természet és a környezet leírásához
 - a technológiai folyamatok követéséhez
 - ipari termékek, élelmiszerek, gyógyszerek minőségének ellenőrzésére
 - egészségügyi céllal
 - stb.

Környezeti mérések - Jellemzők

- Összetett tevékenység
- Komponensek mennyiségi és minőségi meghatározása
 - Kedvezőtlen folyamatok
 - Rendszer eredeti állapota
- Meghatározandó komponensek csoportosítása
 - Szennyező forrás
 - Közeg

Környezeti mérések általános sémája



Feladat megadása

- Miért mérünk?
- Mit mérünk?
 - **Minta**: a vizsgálati anyag egy részlete (pl. a folyóból kivett víz).
 - **Részminta**: több vizsgálathoz a mintát több részletre osztjuk.
 - **Analát**: a vizsgálandó, mérendő komponens a mintában.
 - **Mátrix**: az analát melletti egyéb, kísérő komponensek együttese a mintában.
- Milyen mintavétel szükséges?
- Milyen a helyszín?
- Vegyületcsoport vagy konkrét vegyület?

Analitikai teljesítményjelzők

- **Kimutatási határ (DL-detection limit)**
 - a mért alkotónak az a legkisebb koncentrációja, amely az adott módszerrel megbízhatóan megkülönböztethető a vak mintától
- **Meghatározási határ (LOQ-quantitation limit)**
 - az a koncentráció, amely még elfogadható megbízhatósággal határozható meg
- **Mérési tartomány (range)**
 - a komponens koncentrációjának az a tartománya, melyben a helyesség és a precizitás is megfelelő

Analitikai teljesítményjelzők

■ **Szelektivitás, specificitás**

- a módszer milyen mértékben képes a kívánt alkotók meghatározására egyéb alkotók zavaró hatása mellett
- a tökéletes szelektív módszer a specifikus

■ **Helyesség, pontosság**

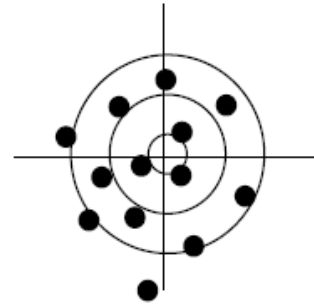
- a várható érték mennyire egyezik meg a valódi értékkel

■ **Megbízhatóság**

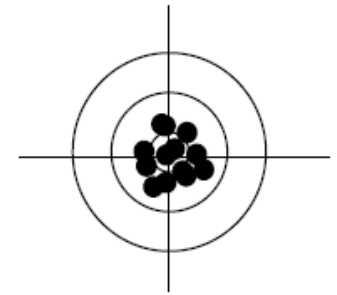
- helyesség és precizitás

Analitikai teljesítményjelzők

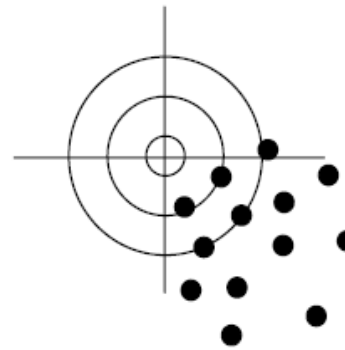
■ Precizitás



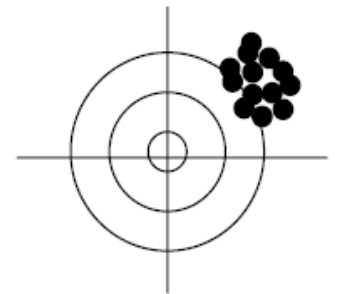
pontos, de kis precizitású mérés



pontos és precíz mérés



pontatlan és kis precizitású mérés



pontatlan, de precíz mérés

■ Ismételhetőség

- azonos módszer, laboratórium, kezelő

■ Reprodukálhatóság

- azonos módszer, különböző laboratórium és kezelő

Analitikai teljesítményjelzők

■ Robosztusság, zavartűrés, állékonyság

- ~eszköz- és környezetállóság
- a módszer ellenálló képessége a kísérleti paraméterek és körülmények kisebb változásaival szemben
- az egyes körülménybeli eltérések ellenére mennyire lesz azonos az eredmény

■ Validálás (megfelelőségvizsgálat)

- eljárás annak igazolására és dokumentálására, hogy az elemzési módszer megfelel a kívánt célnak
- a módszer teljesítményjellemzői eléri a feladat megoldásához szükséges szintet

Mintavételezési stratégia kiválasztása (ld. külön ea)

- Milyen időközönként?
- Reprezentatív minta

Mintavétel

- Környezeti mintavétel általában megismételhetetlen

Minta előkészítése (ld. külön ea)

- Mérhető formába hozza a vizsgálandó komponenst

Mérés

- Megfelelő analitikai módszer kiválasztása

Környezeti analitika felosztása

A.;

■ Minőségi (kvalitatív)

■ Célja:

- mely komponensek vannak jelen a mintában
- **azonosítás:** egy vagy több komponens minőségére vonatkozó feltételezés igazolása
- **kimutatás:** a mintában a keresett komponens „jelen van” vagy „nincs jelen”
- ügyelni kell, hogy a mérendő komponenst milyen más anyagok kísérik

■ Mennyiségi (kvantitatív)

- a kérdéses komponens koncentrációjának, mennyiségének meghatározása
- ismerni kell a kimutatási határt

B.;

■ Direkt mérés

Fizikai-kémiai jelből következtetünk

■ Indirekt mérés

Műszeres analitikai technika

Vizsgálati módszerek

Klasszikus analitikai módszerek

Titrimetria

- sav-bázis
- komplexometriás
- csapadékos
- redox

Gravimetria

Ionvadászat

Műszeres analitikai módszerek

Elektroanalitikai módszerek

- voltmetria
- konduktometria
- potenciometria
- coulombmetria

Atom-spektroszkópia

- abszorpciós (AAS)
- emissziós (ICP-OES)

Molekula-spektroszkópia

- UV
- VIS
- IR
- X

Kromatográfiás módszerek

- gáz
- folyadék
- réteg
- papír

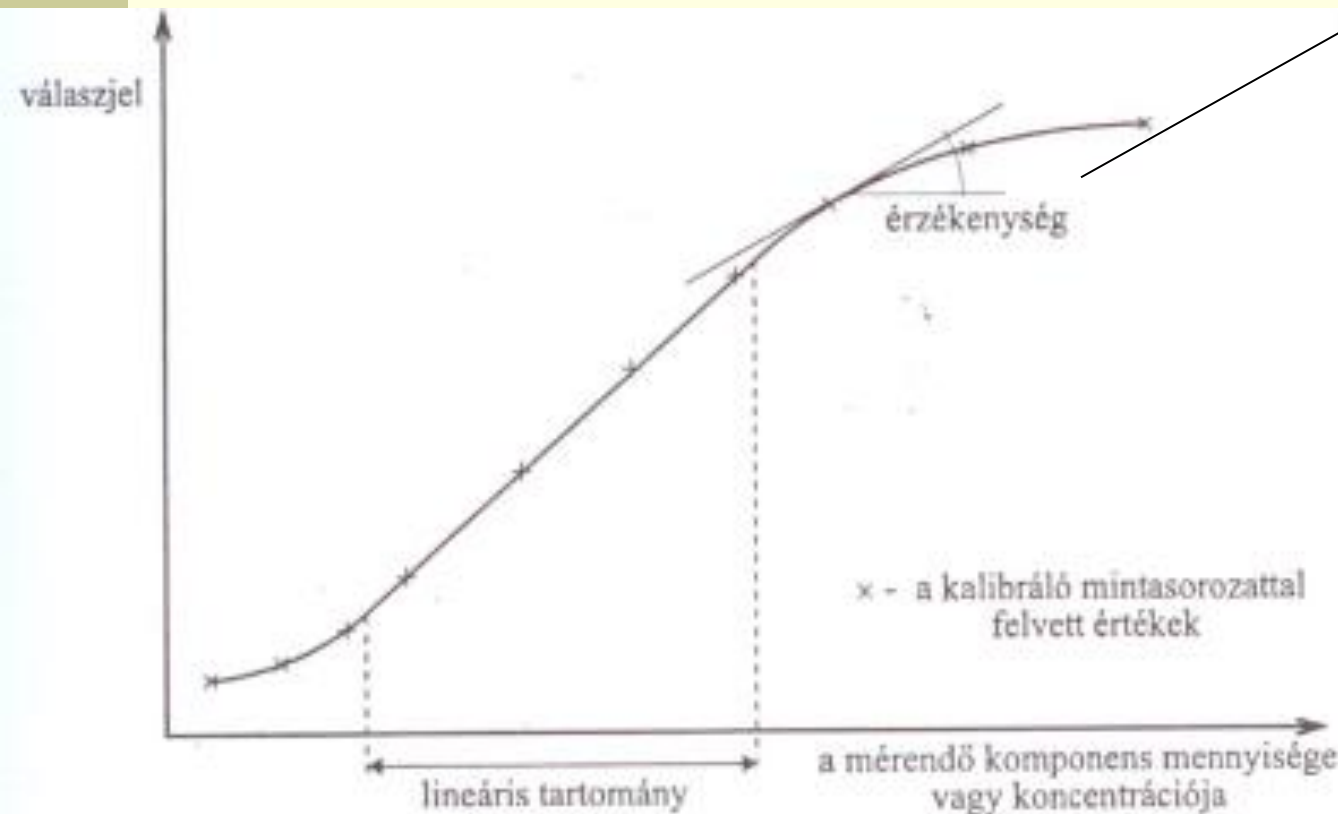
Mérési eredmények kiértékelése

A mért válaszjel és a koncentráció/mennyiség összefüggésének leírása.

■ Kalibráció (válaszjel-koncentráció összefüggés)

- az összefüggés (elemző görbe) kimérése ismert összetételű mintasorozattal
 - standard minták kelleneek

Kalibr. görbe meredeksége

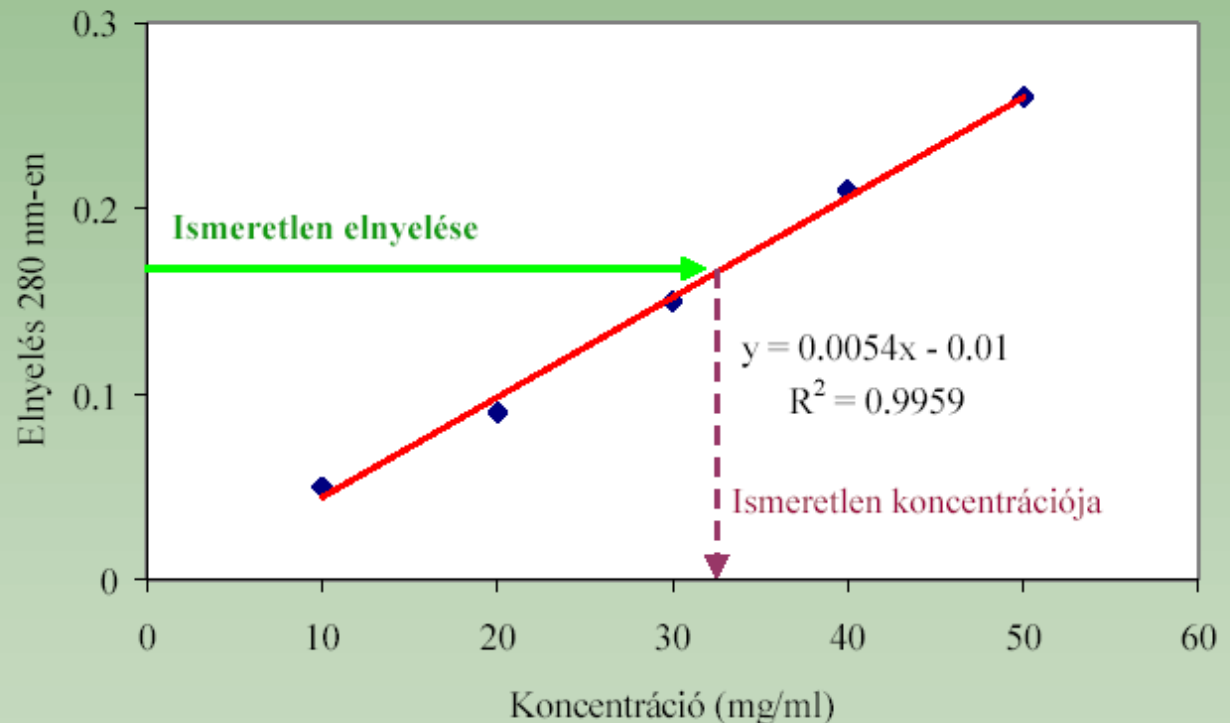


Mérési eredmények kiértékelése

- Külső standard módszer -

- Oldatsorozat készítése a vizsgálandó komponensből
 - egyenes arányosság esetén

Kalibrációs görbe (vagy egyenes)



Mérési eredmények kiértékelése

- Standard addíciós módszer -

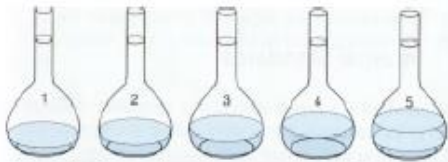
■ Menete

- 1. ismeretlen minta → válaszjel
- 2. vizsgálandó komponens ismert mennyiségének adagolás a mintához → válaszjel

5 ml ismeretlen mindegyik lombikban



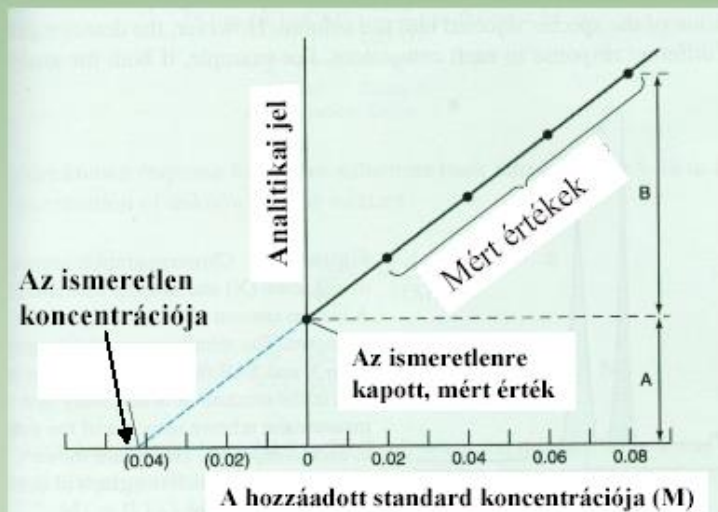
0, 5, 10, 15, 20 ml standard oldat hozzáadása



A lombikok feltöltése



+ analitikai mérés +



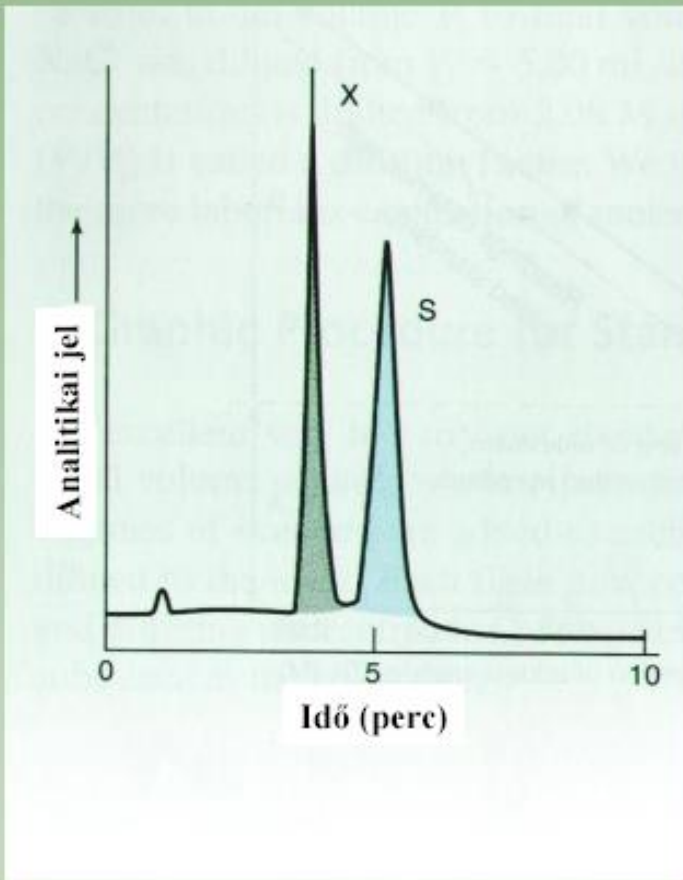
ha a válaszjel a koncentrációval (mennyiséggel) – vagy annak valamilyen ismert függvényével – egyenesen arányos, az összefüggés a mérendő komponens ismert mennyiségének hozzáadásával határozható meg

Mérési eredmények kiértékelése

- Belső standard módszer -

■ Jellemzője

- Vizsgálandó komponenssel hasonló fizikai és kémiai tulajdonságú anyag



Az ismeretlen koncentrációját a belső standard - ismert koncentrációnak megfelelő - jel értéke (pl. területe) alapján kiszámolhatjuk. (Előtte a különböző komponensekre vonatkozó „detektor-választ” meg kell határozni!)

Feltételezés:
a különböző mintákban a két komponensre vonatkozó érzékenység hányadosa (a relatív érzékenység) állandó.

Eredmények megbízhatósága

Mérési eredmény = valódi érték + hiba

Mérési eredmény = valódi érték + rendszeres hiba + véletlen hiba

■ Rendszeres hiba


- Additív (valódi értéknél egy áll.-ó eltéréssel nagyobb vagy kisebb)
- Valódi értéktől függő
- Más tényezőktől függő

■ Véletlen hiba

- Véletlen (random) (sok kis hatás köv.-e)
- Kiugró érték (időnként fellépő jelentős hatások következménye)
- Rendkívüli (értelmetlen mérés)

Analitikai eljárás hibája

- Analitikai eljárás hibája
 - Mintavétel
 - Minta előkészítés
 - Mérés
 - Kiértékelés
- Mintavétel és minta előkészítése okozza 99%-ban a hibát



Köszönöm a figyelmet!