

A környezetanalitika szervetlen kémiai módszerei

Dr. Baranyai Edina

**„A környezetvédelmi analitika a mintavétel és a
mintaelőkészítés művészete”**



Analitikai kémia

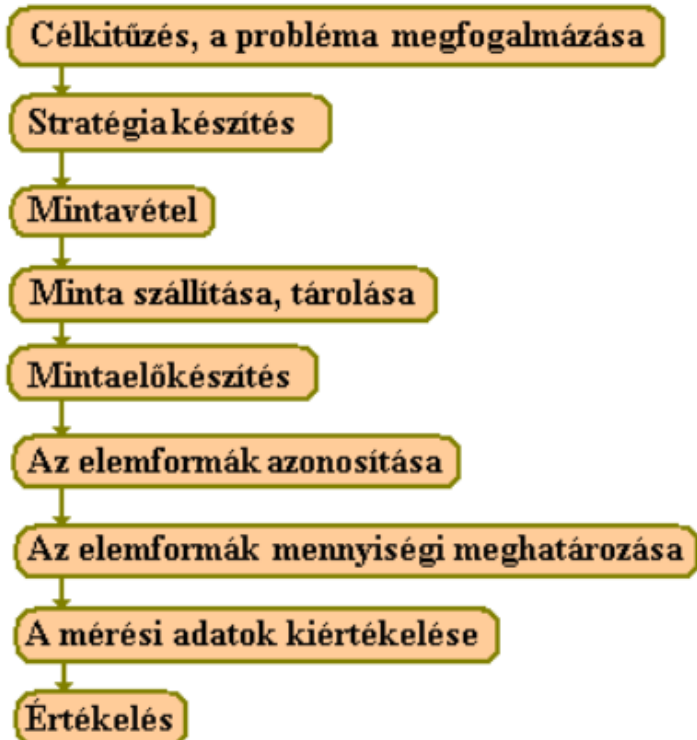
- Az a tudományág, amely eljárásokat, módszereket, készülékeket és stratégiákat dolgoz ki és alkalmaz annak érdekében, hogy anyagi rendszerek minőségi, mennyiségi összetételéről, szerkezetéről és energiaállapotáról térbeli és időbeli információkat szerezzen.

Az analitikai kémia kapcsolata más tudományokkal és szaktudományokkal:



Környezetanalitika

- A környezetvédelemben csak a validált, mennyiségi és minőségi jellemzőket egyaránt megadó, akkreditált elemzési módszereknek van teljes értéke, amik a jogi eljárásokban is megállják helyüket.



Az analízis lépései szigorúan egymásra épülnek!

Ha a sorban előbb álló lépésben valamilyen hibát követünk el, a további lépések értelmüket veszítik, vagy legalábbis pontatlan, félrevezető eredményekhez jutunk.

A környezetanalitika csoportosítása

- **mérések gyakorisága szerint:** rendszeres mérések, eseti mérések
- **komponensek szerint:** komponensek elkülönült mérése, csoportra vagy összegére jellemző adatok
- **mérés helye szerint:** helyszíni (terepi) mérések, laboratóriumi mérések
- **mérendő komponensek koncentrációja szerint:** makrokomponensek, nyomelemek
- **alkalmazott mérési módszer szerint:** klasszikus, elektoranalitikai, molekulaszpektroszkópiái, kromatográfiás, atomspektroszkópiái és biológiai alapú tesztek

A környezetanalitika jelentősége

- a lejátszódó természetes és mesterséges folyamatok megértése
- a bekövetkező változások nyomon követése
- a változások káros hatásainak prognosztizálása a prevenció érdekében
- a kialakult károk mentesítése, elhárítása

A környezet állapotának vizsgálata komplex munkafolyamat



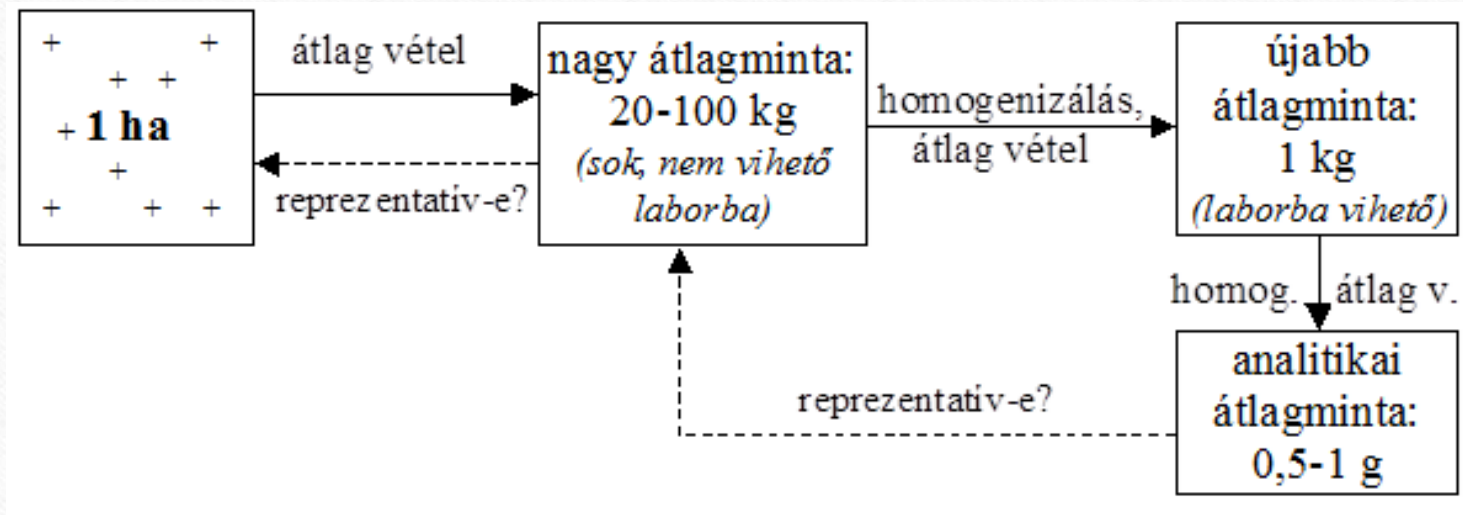
TÖBB TUDOMÁNYTERÜLETET ÉRINT



A környezeti vizsgálatok során a mintavétel helyes kivitelezése kulcsfontosságú, hiszen a mintavételből származó hiba jóvátehetetlenül eltorzítja a vizsgálat eredményét

Mintavétel

- Egy anyagi rendszerből kivett kis tömegű, térfogatú minta, amellyel a kémiai analízist végezzük, ugyanolyan összetételű legyen, mint a vizsgált anyagi rendszer. Az analízis eredményével csak ebben az esetben jellemezhetjük az egész rendszert → **REPREZENTATIVITÁS**



A környezetvédelmi analitikában a hibák 90%-át a mintavételnél követik el!

Fontos a mintavételi stratégia kidolgozása!

Mintavétel

A környezetanalitika szűk keresztmetszete - a mintázáskor elkövetett hibák később nem hozhatók helyre

- vegye figyelembe a vizsgálandó közeget és a vizsgálandó anyagot
- könnyen, gyorsan, jól reprodukálhatóan végrehajtható módszer legyen
- a mintázás a megfelelő helyen és időben történjen
- ne okozzon kárt
- és biztonságosan lehessen végrehajtani



Környezeti minták

A környezeti minták főbb típusait származási helyük alapján csoportosíthatjuk:

- **atmoszféra:** gázok, szálló- és ülepedő porok, füstök, ködök
- **hidroszféra:** felszíni- és felszín alatti vizek
- **geoszféra:** talaj, üledék, iszap, környezeti hatásnak kitett növényi és állati minták

A mintavételnél el kell kerülni:

- a keresztszennyezést
- a mintaveszteséget
- a torzulást



**Vakminták,
kísérőstandardok**



A nem konzerválható paraméterek elemzését on-site kell elvégezni!

Ideális esetben vizsgálándó *sokaság*¹ teljes egészére el kell végezni a mintavételt → a nagy terjedelmek, az elemzési módszerek idő- és költségigénye miatt ez sokszor lehetetlen

A vizsgálándó sokaság csak egy részét elemezzük, amely az elemzendő jellemzőkre nézve jó reprezentálja az eredeti sokaságot.

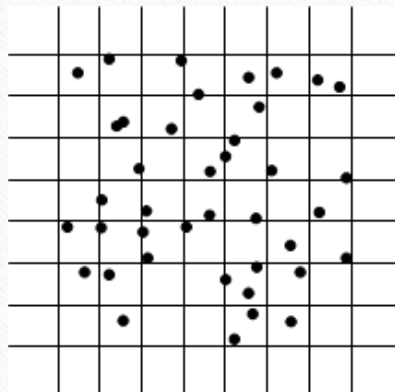
A mintavétel megfelelő előkészítést, tervezést és szakszerű végrehajtást igényel!

A sokaság lehet:

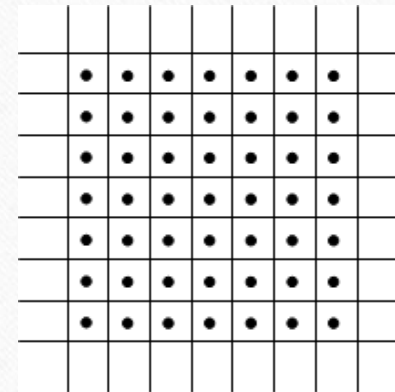
- végtelen vagy véges kiterjedésű
- folytonos vagy tagolt
- homogén vagy heterogén

¹*Sokaság annak a környezeti elemnek a teljessége, amelynek a tulajdonságait meghatározni kívánjuk.*

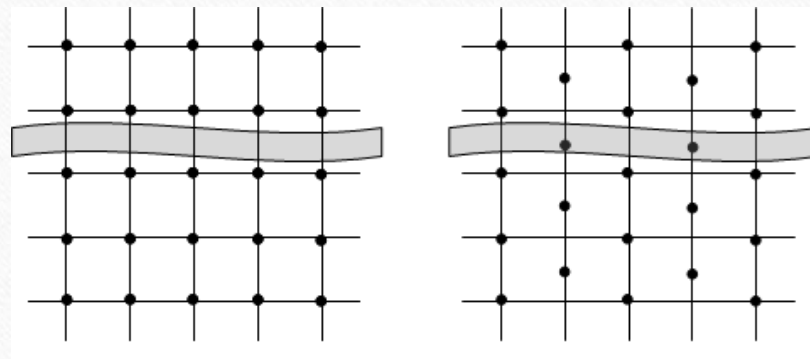
Pontminták véletlenszerű elhelyezése



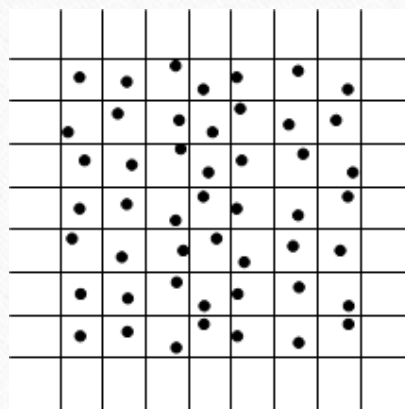
Pontminták szisztematikus elhelyezése



Pontminták módosított szisztematikus elhelyezése



Pontminták rétegzett elrendezése



Mintavétel

- **periodikus mintavétel:** meghatározott, állandó időközönként történő mintavétel
- **átlagminta:** lehet **térbeli** (azonos időpontban, de a vizsgálandó terület különböző pontjában vett minta összekeverésével kapjuk) és **időbeli** (azonos pontban, de időben egymás után vett minták összekeverésével kapjuk)
- **sorozatminta:** különböző időpontokban és helyeken vett pont- és átlagmintákból áll

Elemzésre kerülő leggyakoribb komponensek

- szervesetlen ionok, elemek
- fémorganikus elemformák
- BOI, KOI
- gázkomponensek
- klórozott szénhidrogének
- BETX
- VOC
- PAH
- PCB
- peszticidek, inszekticidek
- gyógyszermaradványok
- ipari oldószerek

Mintavétel során a cél ismeretében kell rögzíteni a:

- a meghatározandó paraméterek listáját,
- a mintavétel helyét és idejét,
- a minták számát,
- a mintavételi pontok sűrűségét,
- a mintavétel időbeni gyakoriságát,
- a minták típusát, a minta mennyiségét,
- a mintavételezési módszereket, minták kezelését (pl. helyszíni szűrés) és tartósítását,
- a majdani vizsgálati módszert.



Mintavétel

Mintavételi hiba

- személyi hiba
- véletlenszerű hiba → nem reprodukálható
- rendszeres hiba → reprodukálható



A mintavételi hiba általánosságban csökkenthető a minta nagyságának növelésével és a mintavételi eljárás módjával

Tartósítás

A mintavétel végrehajtása után gondoskodnunk kell arról, hogy a minta tulajdonságaiban ne álljon be szignifikáns változás az elemzés végrehajtásáig.

Ezek lehetnek: fizikai változások, kémiai változások és biológiai változások

Nem létezik univerzális tartósítási eljárás!

Mintatartósítás I.

	Vizsgált komponens	Mintavételi edény	Tartósítás	Szállítás	Laborba érkezés
vizek	nitrát	250 ml-es üveg vagy műa. edény	Savanyítás HCl-lel	1-5 °C között	max. 24 óra max. 1 hét
vizek	nitrit	200 ml-es üveg vagy műa. edény	-	1-5 °C között	max. 24 óra
vizek	ammónium	500 ml-es üveg vagy műa. edény	szűrés!!! Savanyítás H ₂ SO ₄ -gyel	1-5 °C között	max. 3 hét
vizek	Nitrogén (Kjeldahl, összes)	0,5 literes barna üveg	Savanyítás H ₂ SO ₄ -gyel	sötétben	max. 1 hónap
vizek	kálium	100 ml-es műa. edény	Savanyítás HNO ₃ -mal	-	max. 1 hónap
vizek	bór	100 ml-es műa. edény	-	-	max. 1 hónap
vizek	kalcium, összkeménység	100 ml-es műa. edény	Savanyítás HNO ₃ -mal	-	max. 1 hónap
vizek	higany	500 ml-es boroszilikát üveg	Savanyítás HNO ₃ -mal+ K ₂ Cr ₂ O ₇	-	max. 1 hónap
vizek	szulfát	100 ml-es műa. edény	-	1-5 °C között	max. 1 hónap
vizek	oldott foszfor	250 ml-es műa. edény	szűrés!!! (0,45 µm)	1-5 °C között	max. 1 hónap

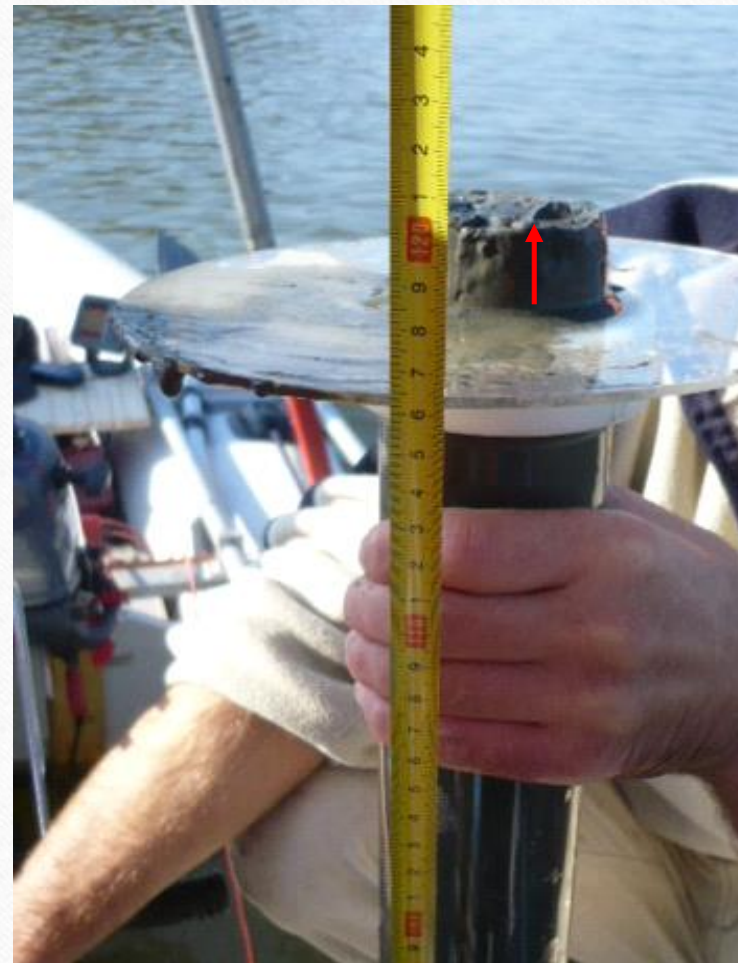
Mintatartósítás II.

	Vizsgált komponens	Mintavételi edény	Tartósítás	Szállítás	Laborba érkezés
vizek	KOI	100 ml-es műa. edény	savanyítás H_2SO_4 -gyel	-	max. 1 hónap
vizek	pH	100 ml-es műa. edény	-	1-5 °C	max. 6 óra
vizek	elektromos vezetőképesség	100 ml-es műa. edény	-	1-5 °C között	max. 24 óra
vizek	PAH	1 literes barna üveg	nátrium-tioszulfát (aktív klór esetén)	1-5 °C sötétben	max. 24 óra
vizek	illékony szénh. (BTEX)	2 db 40 ml-es EPA vial	nátrium-tioszulfát (aktív klór esetén)	1-5 °C között	max. 24 óra
vizek	összes szénh. C_6 - C_{40} (TPH-GC)	1 literes barna üveg	savanyítás H_2SO_4 -gyel vagy HCl-lel	2-8 °C között	max. 24 óra
vizek	fenolindex	0,5 literes barna üveg	$CuSO_4$	-	max. 2 nap
vizek	vas(II)	100 ml-es PE palack	szűrés!!! (0,45 μ m) színreagens savanyítás HCl-lel	fénytől védve	max. 2 nap max. 1 hét
vizek	szulfid	250 ml-es PE palack	Zn-acetát	1-5 °C	max. 2 nap
vizek	cianidok	500 ml-es PE palack	NaOH	1-5 °C	max. 16 óra
vizek	fém (oldott)	100 ml-es savazott műa. edény	szűrés!!! (0,45 μ m) savanyítás HNO_3 -mal	1-5 °C sötétben	max. 16 óra max. 1 hónap
vizek	ÁVK paraméterek	0,5 literes barna üveg	-	1-5 °C sötétben	max. 16 óra

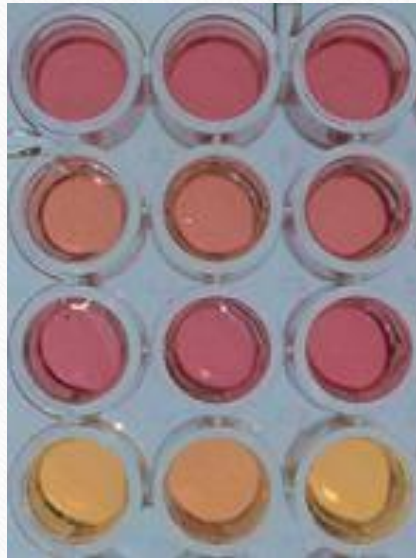
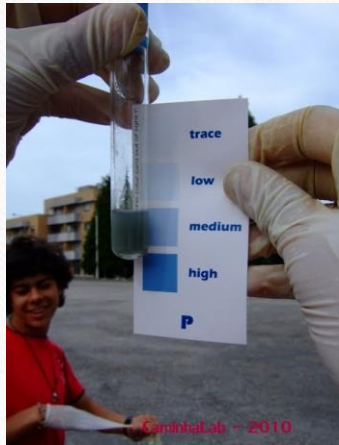
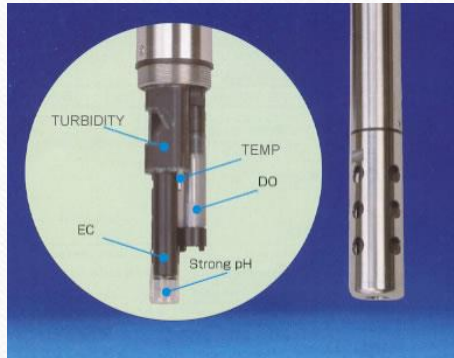
Terepi részmintavételezés



Terepi részmintavételezés



Plexicsővel történő mintavétel, helyszínen 2 cm vastag részminták vétele



Helyszíni elemzések eszközei

Szent Anna-tó - téli expedíció





Retyezát, Pietrele-tó



Mintaelőkészítés

A környezeti minták gyakran nem mérhetőek közvetlenül:

- a kísérő mátrixot el kell távolítani
- a mintát oldatba kell vinni

Extrakciós technikák:

Pl. folyadék-folyadék extrahálás, szilárd fázisú extrahálás (SPE), szilárd fázisú mikroextrakció (SPME), Soxlet extrakció, gerjesztett oldószeres extrakció (ASE)

Származékképzés:

- az extrahálás segítése
- a detektálás javítása
- az analízis követelményeinek megfelelő formára hozás
- mátrixtól való elválasztás

Minták előkészítése az elemanalízishez

Az analitikai eljárások döntő része oldatban lejátszódó reakciókon alapul: azok az anyagok, amelyek az adott oldószert megkötik, azaz **szolvatálódni** képesek, és az eközben felszabaduló energia (a szolvatációs energia) nagyobb, mint az anyag molekuláit összetartó erők energiája (a rácsenergia stb.), oldódni fognak.

Munkamenet

- oldás hideg, majd forró desztillált vízben
- hideg ásványi savakban (sósav, perklórsav, stb.)
- híg nátronlúgban

Az enyhe körülmények között (a víz forráshőmérsékletén, legfeljebb 10-20%-os sósavban, illetve 2-10%-os nátronlúgban) nem oldódó mintákat feltárással kell oldhatóvá tennünk.

Oldás savakban

- **HCl**: a keletkező fém-kloridok vízben többnyire jól oldódnak, a sósavfölösleg pedig bepárlással eltávolítható
- **HNO₃**: erős oxidálószer is
- **H₂SO₄**: pl. szulfidos ércek, antimon, ón tartalmú ötvözetek
- **HClO₄**: ritkán használjuk, robbanásveszélyes

A minták feltárása, reakciók olvadékfázisban

Az enyhe reakciókörülmények között oldhatatlan mintákat olvadékfázisban, magas hőmérsékleten, nagy reagensfelesleg segítségével alakíthatjuk vízoldható vegyületekké. **A feltárás sikere elsősorban attól függ, hogy helyesen választjuk-e meg a feltáró reagenst és ezzel együtt a feltróedény anyagát.**

Az olvadékokban végbemenő nagy hőmérsékletű reakciók két csoportba sorolhatók:

1. sav-bázis reakciók
2. redoxireakciók

A feltárás gyakorlati módszereit négy nagy csoportba sorolhatjuk:

1. lúgos ömlesztés
2. lúgos oxidációs ömlesztés
3. lúgos redukciós feltárás
4. savanyú feltárás

Szerves anyagok mineralizálása

A szerves molekula mineralizálása, elroncsolása az alábbi módszerekkel történhet:

- az anyag elégetésével,
- oldatban (nedves úton) történő roncsolással,
- olvadékban történő roncsolással.

Környezeti minták előkészítésére:

1. Száraz hamvasztás

2. Nedves roncsolás: - nyílt rendszerben atmoszférikus nyomáson

- zárt térben acélköpenyes teflon bombában, nagy nyomáson

- zárt térben, műanyag köpenyes bombában, mikrohullámú energiaközléssel



Száraz hamvasztás

- szabályozott felfűtést biztosító izzítókemencében, magas hőmérsékleten (800°C)
- porcelántégelyekben



Előnye:

- nem kíván állandó felügyeletet
- a minta tömegétől, a porcelán tégelyek méretétől függően nagyszámú minta előkészítése is elvégezhető egyidejűleg
- a szerves anyag teljes mennyisége eltávozik a mintából

Hátránya:

- az illékony elemek (higany, kadmium, ólom, vas kloridja stb.) jelentős része, vagy teljes mennyisége eltávozik a mintából

Nedves roncsolás atmoszférikus nyomáson

Történhet:

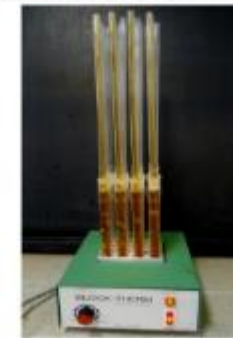
- Erlenmeyer lombikban vagy főzőpoharakban, elektromos főzőlapon vagy homokfürdőn
- fűthető blokkban, visszafolyó hűtővel ellátott kémcsövekben

Előnye:

- minden fő- és nyomelem veszteség nélkül a mintában marad
- a nedves roncsolás így nem eredményez negatív hibát

Hátránya:

- a minta-előkészítés állandó, folyamatos figyelmet igényel
- maró hatású savgőzök
- a roncsoláshoz használt vegyszerek maguk is szennyezettek bizonyos nyomelemekkel
- a nedves roncsolás így pozitív hibát eredményezhet



Nedves roncsolás zárt térben, teflon bombában

Az atmoszférikus nedves roncsolás hátrányainak kiküszöbölésére került kialakításra a teflon bombás roncsolás

A bomba belső része egy teflon edény teflon kupakkal, amelyet egy nyomásálló acélköpeny vesz körül, amire menetesen acél kupak csavarható

Előnye:

- kis térfogatú roncsolószer szükséges, ezért kis mértékű a minta esetleges szennyeződése
- kis odafigyelést igényel a művelet
- a zárt rendszer folytán mérgező gázok, gőzök távozásával csak ritkán, (a szelep „lefújásakor”) kell számolni

Hátránya:

- a minta előkészítése viszonylag hosszú időt vesz igénybe (3 óra)
- a bomba jóval drágább, mint egy atmoszférikus roncsoló lombik



Mikrohullámmal elősegített nedves roncsolás

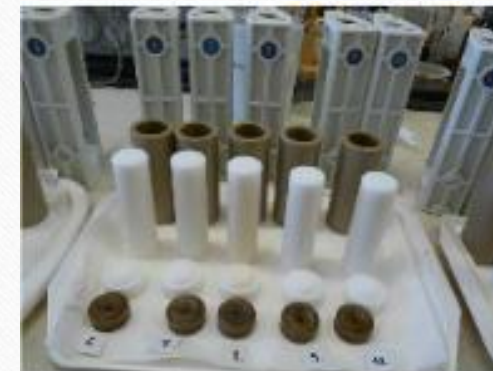
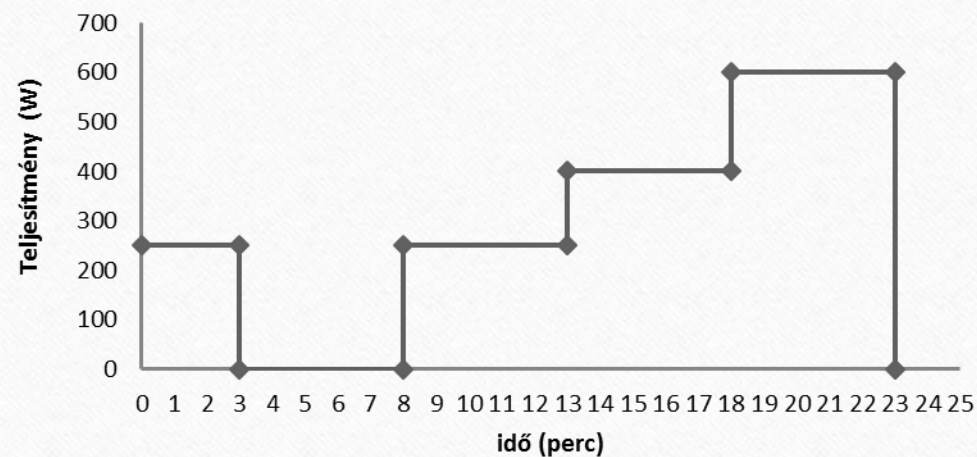
A mikrohullámú energiaközlés hatékonysága annak köszönhető, hogy mikrohullámú térben a dipólus molekulák (jelen esetben a vízmolekulák) nagy sebességű rezgő mozgást végeznek, dörzsölik egymást és ezért a reakcióelegy gyorsan felmelegszik anélkül, hogy maga az edényzet melegedne.

Előnye:

Egyesíti az eddig említett mintaelőkészítési módszerek minden előnyét

Hátránya:

Csupán azt lehet hátrányaként felhozni, hogy a mikrohullámú berendezés drágább a korábban említett eszközöknél



Elemanalitika

a minták elemösszetételének meghatározására szolgál

Roncsolásmentes módszerek:

- Röntgenfluoreszcens spektrometria (XRF)



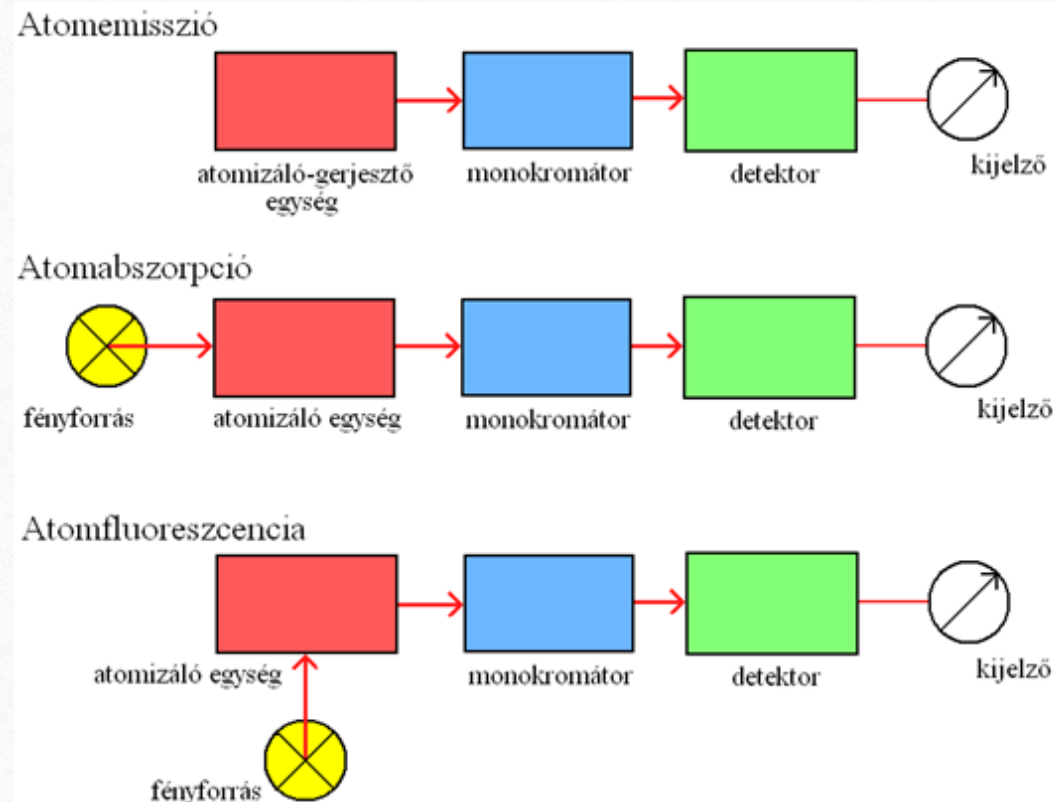
Oldatos meghatározást szolgáló módszerek:

- Lángatomabszorpciós spektrometria (FAAS)
- Grafitkemencés atomabszorpciós spektrometria (GFAAS)
- Induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria (ICP-OES)
- Induktív csatolású plazma tömegspektrometria (ICP-MS)
- Mikrohullámú plazma atomemissziós spektrometria (MP-AES)



Atomspektroszkópia

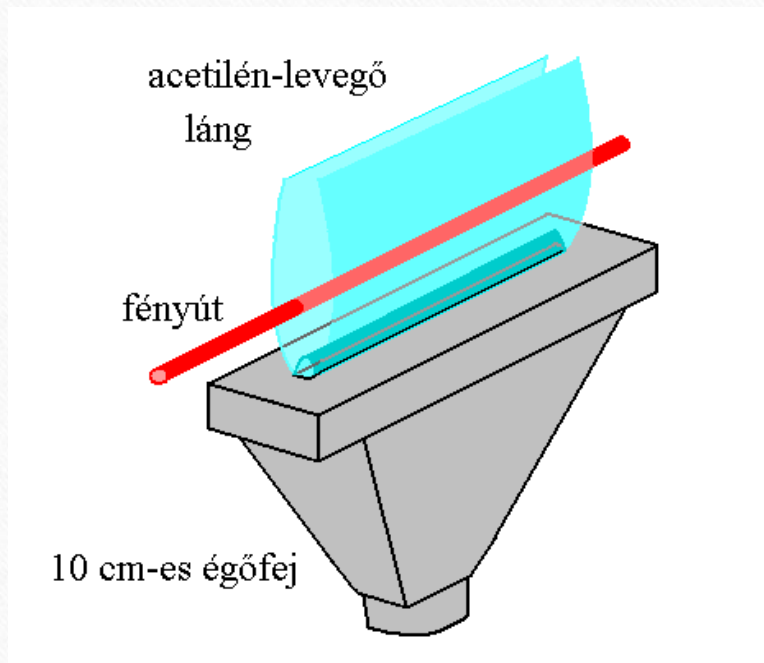
Az atomspektroszkópiás módszerek 70-80 elem minőségi és nagy analitikai érzékenységű mennyiségi meghatározására alkalmas műszeres analitikai eljárások. Aszerint, hogy a szabad atomok minőségéről és mennyiségéről hogyan szerzünk adatokat, beszélünk atomemissziós (AES), atomabszorpciós (AAS) és atomfluoreszcens (AFS) módszerekről.



Lángatomabszorpciós spektrometria (FAAS)

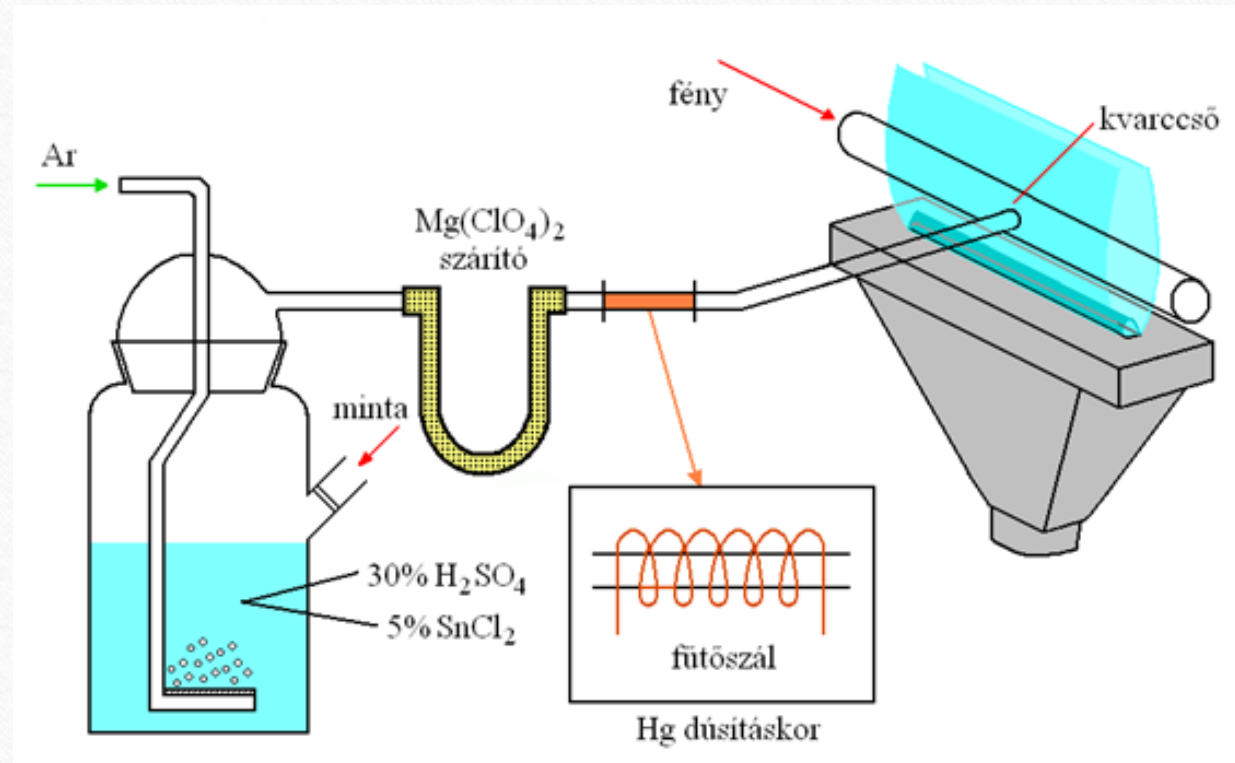
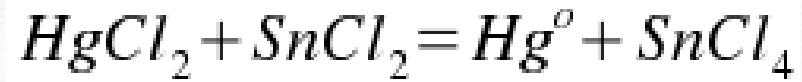
A mintákat olyan térbe kell juttatni, ahol a kémiai kötések felszakadnak, és a vizsgált elem alapállapotú atomgőzei keletkeznek. Ezt az átalakulást általában nagy hőmérsékleten és megfelelő kémiai környezetben érhetjük el. Ilyenek a lángok, mint nagy hőmérsékletű gázterek.

FAAS módszerrel meghatározható elemek köre

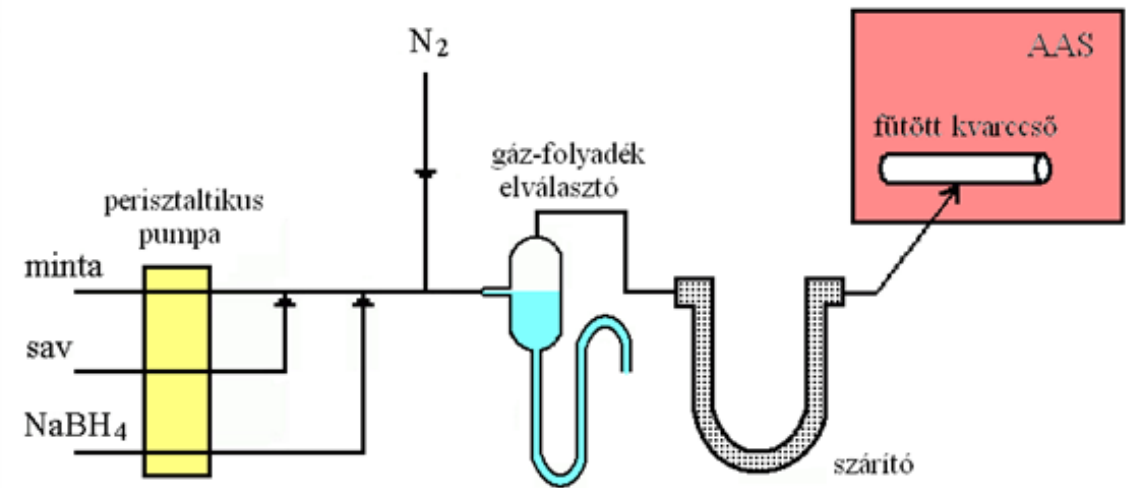
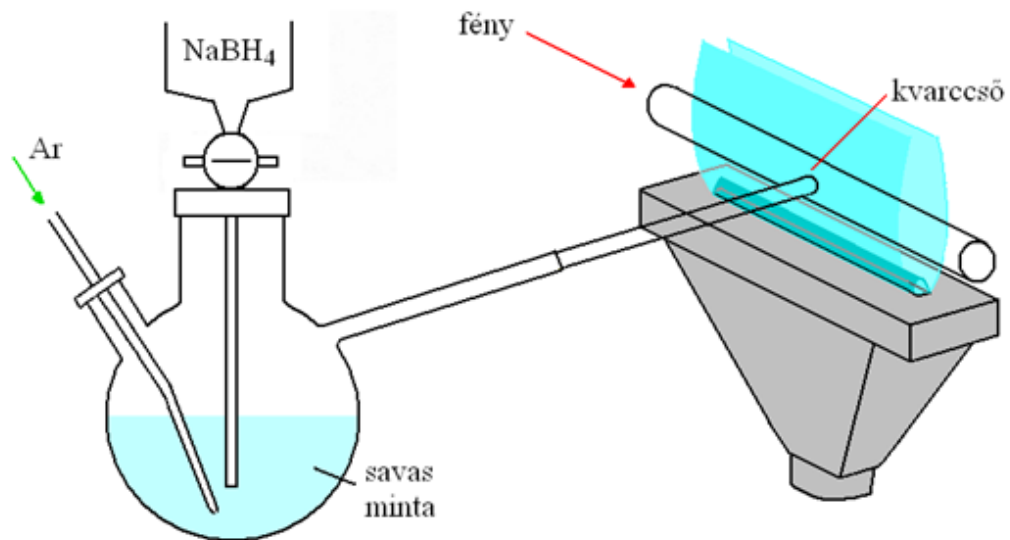
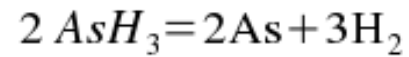
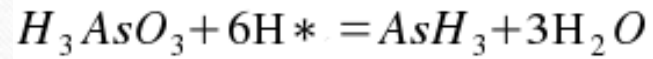


H																		He
Li	Be												B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg	N ₂ O/C ₂ H ₂			Levegő/C ₂ H ₂			Ar/H ₂			Al	Si	P	S	Cl	Ar		
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra																	
		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu			
		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr			

A higany hideggőz (CV=cold vapor) technikás atomizációja



Atomizáció hidridképzésen keresztül



Grafitkemencés atomabszorpciós spektrometria (GFAAS)

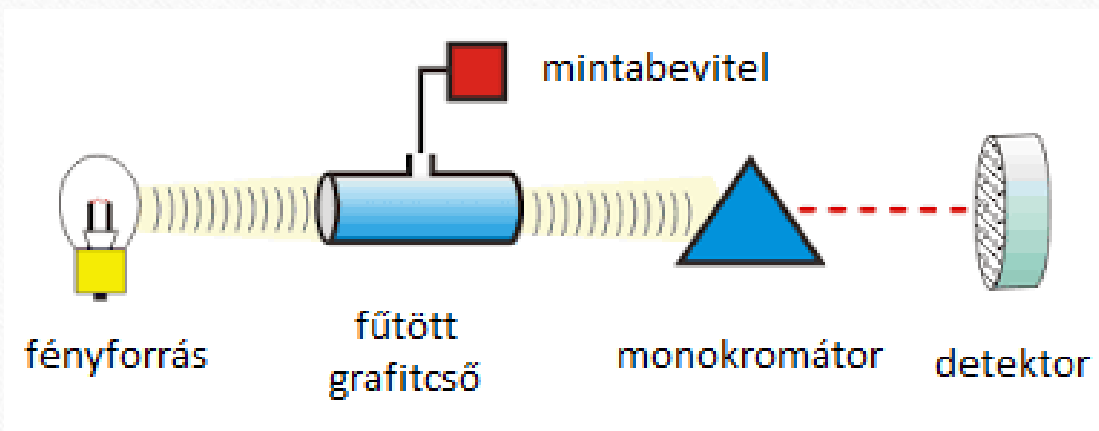
Az alapállapotú atomok előállításának hatékony módszere a fűtött grafitcsőben végzett atomizálás

- 3 nagyságrenddel jobb kimutatási határ
- kisebb mintaigény (10-30 μl)

A fénynyaláb a grafitcső teljes térfogatát 100%-osan kitölti.



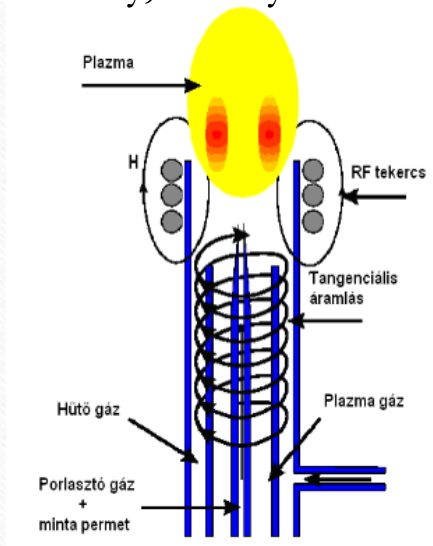
Ezért a grafitcsőben gyakorlatilag az összes atom részt vesz a fényelnyelésben



Induktív csatolású plazma optikai emissziós spektrometria

A periódusos rendszer több, mint 70 elemének koncentrációja meghatározható

- nagy hőmérsékletű gerjesztő forrás
- multielemes analízis
- argon plazma - olyan elemek meghatározására is hatékony, amelyeknek oxigénhez való affinitása nagy



1												2								
1	H												2	He						
3	Li	4	Be											5	6	7	8	9	10	
11	Na	12	Mg											13	14	15	16	17	18	
19	K	20	Ca	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	
37	Rb	38	Sr	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54	
55	Cs	56	Ba	*	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86
87	Fr	88	Ra	**	103	104	105	106	107	108	109	110	111	112	113	114	115	116	117	118
					Lr	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Uuu	Uub		Uuq				

* lantanidák

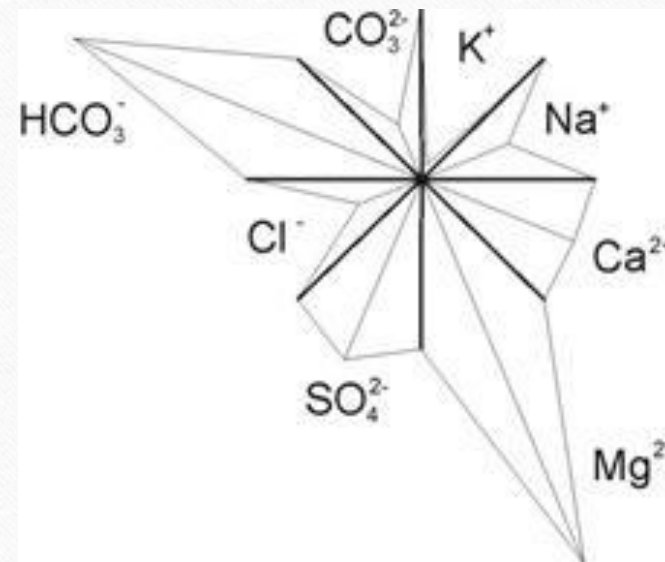
57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70
La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb

** aktinidák

89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102
Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No

Legfontosabb vízminőségi paraméterek

- oldott oxigén (DO)
- oxigén telítettség (%)
- kémiai oxigénigény (KOI)
- biológiai oxigénigény (BOI)
- halobitást jellemző nyolc főion



Maucha csillagdiagram



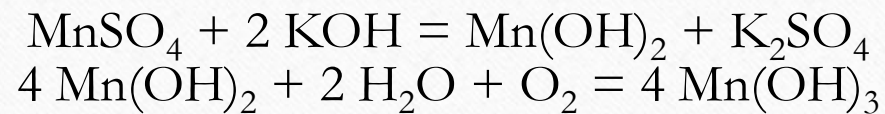
Legfontosabb vízminőségi paraméterek

Oldott oxigén meghatározása

A levegővel érintkező víz egyensúlyi koncentrációban tartalmaz oxigént, amelynek mennyisége függ a légnyomástól, a hőmérséklettől és a víz oldott sótartalmától. Legelterjedtebb módszer a jodometriás titrálás és a membránelektrodos meghatározás.

Oldott oxigén (DO) mérése Winkler L. szerint jodometriás titrálással

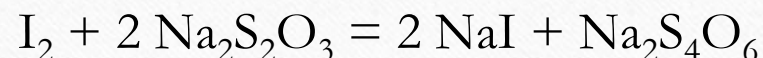
A mintaoldat oxigén tartalmát Mn(II) só oldatával megkötjük



a keletkezett Mn(OH)_3 csapadékot kálium-jodid jelenlétében kénsavban oldjuk

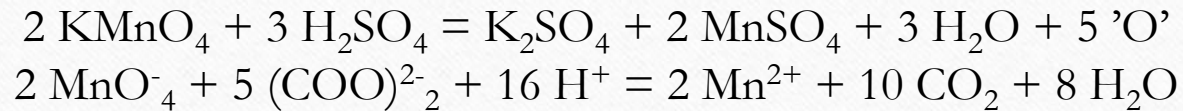


A meghatározás alapja a felszabaduló jód nátrium-tioszulfát reagenssel történő titrálása

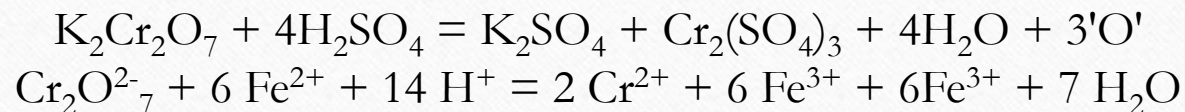


Legfontosabb vízminőségi paraméterek

- **BOI:** az adott idő alatt felhasznált oxigénmennyiséget jelenti, amelyet a vízben levő mikroorganizmusok a szerves anyagok aerob (oxigéntartalmú környezetben) biokémiai lebontásához felhasználnak. A mérés 20 Celsius-fokon történik. Mintavételkor megmérjük az anyag oldott oxigén tartalmát, majd 5 nap múlva ismét. A két mérés között elfogyott oxigén mennyiségét nevezzük a biológiai oxigénigénynek (BOI5).
- **KOI (permanganátos):** meghatározzuk azt az oxigénmennyiséget, amely a szerves anyagok kémiai úton történő lebontásához szükséges. A permanganátos jelző arra utal, hogy a vízben levő szerves anyagokat kálium-permanganáttal elroncsoljuk, és a maradék permanganátot kétszeresen visszatitráljuk oxálsavval. Indikátor a permanganát saját színe.



- **KOI (dikromátos):** Erősen savas közegben a vízben levő szerves anyagokat ezüst-szulfát katalizátor jelenlétében kálium-bikromáttal roncsoljuk, majd vas(II)-ammónium szulfát mérőoldattal visszatitráljuk a maradék kálium-dikromátot. Indikátor a ferroin.



Üledékminták



Üledékminta

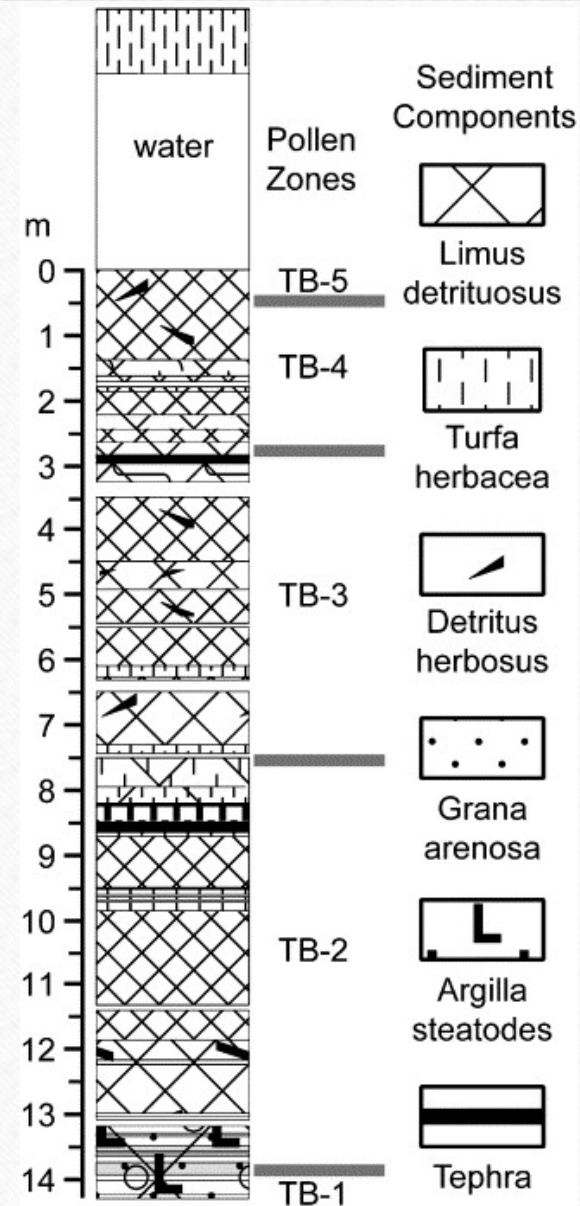
- a fúrásmag leírása
- üledékfotó készítése- Sedigraph program



Az üledék rétegtani leírása

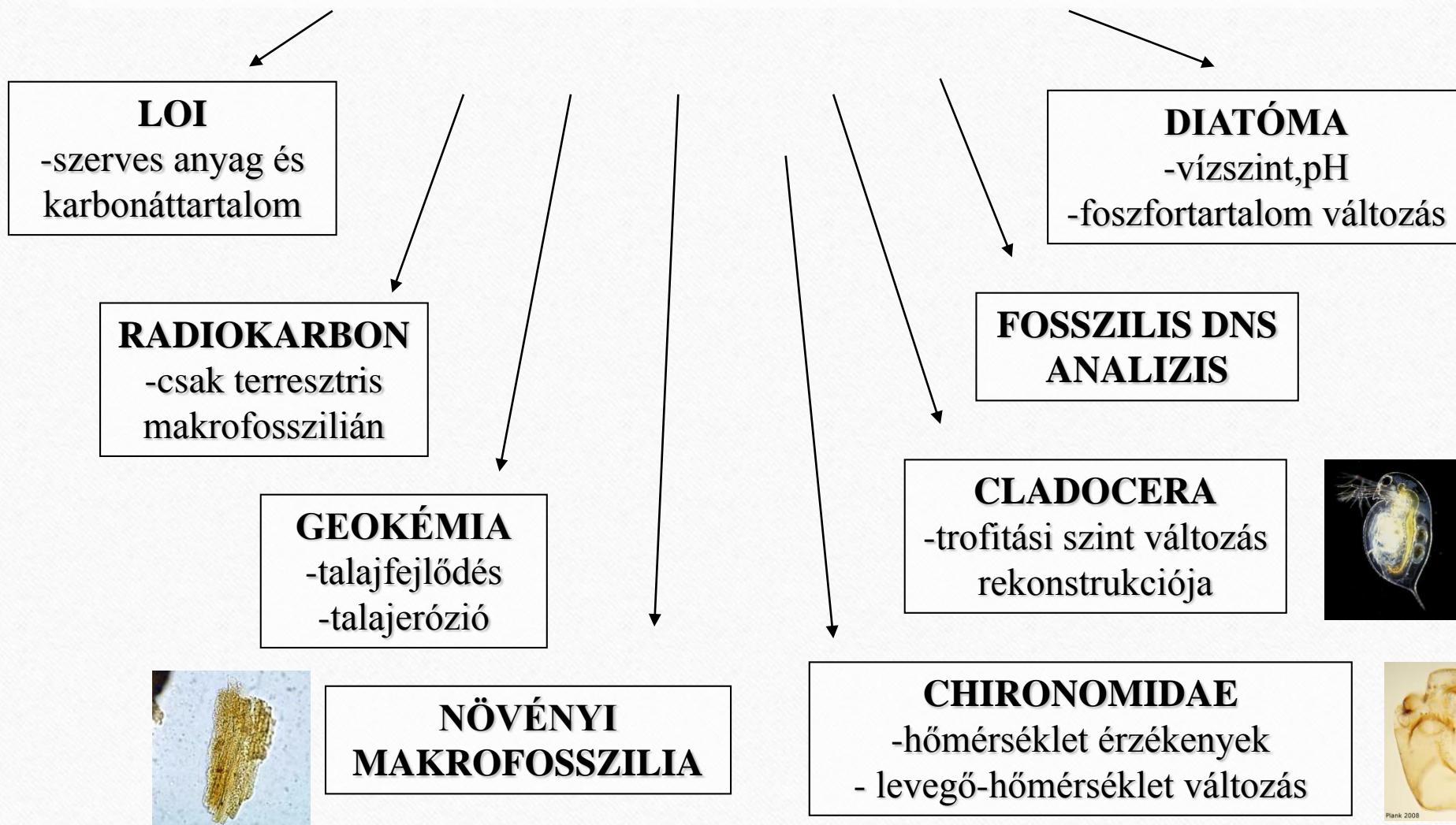
Troels-Smith (1955)

üledékkategóriák, szimbólumrendszer



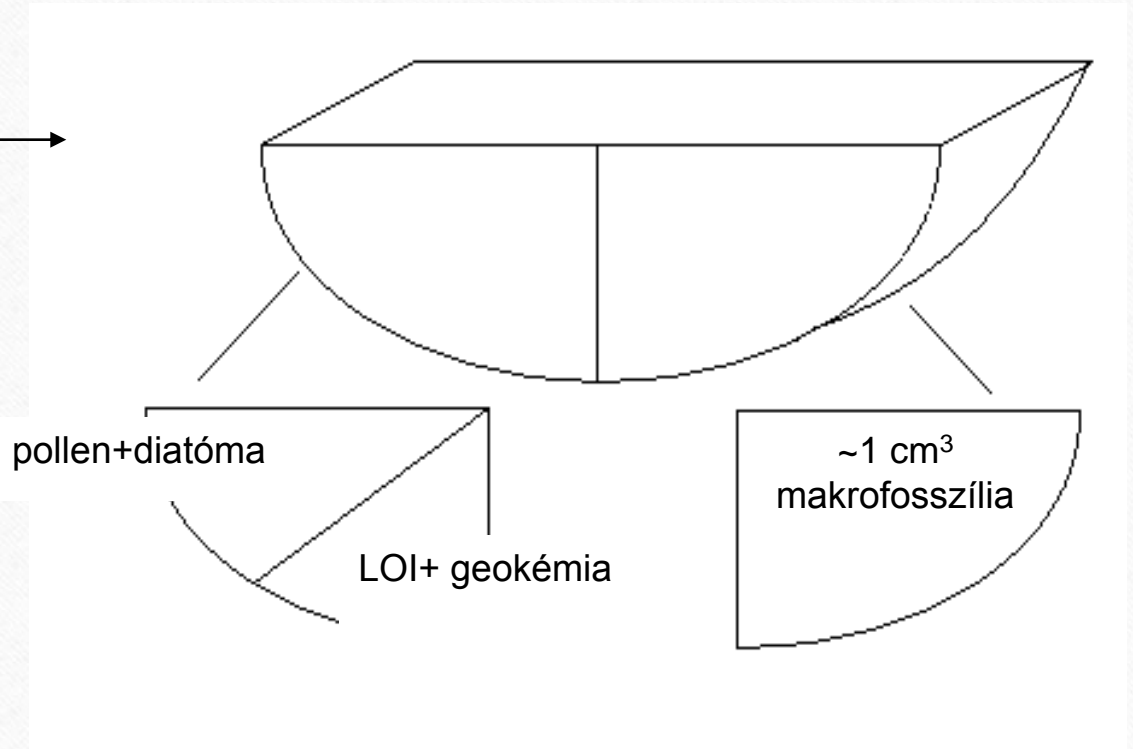
ÜLEDÉKEKEN VÉGZETT VIZSGÁLATOK

MULTIPROXY ANALIZIS

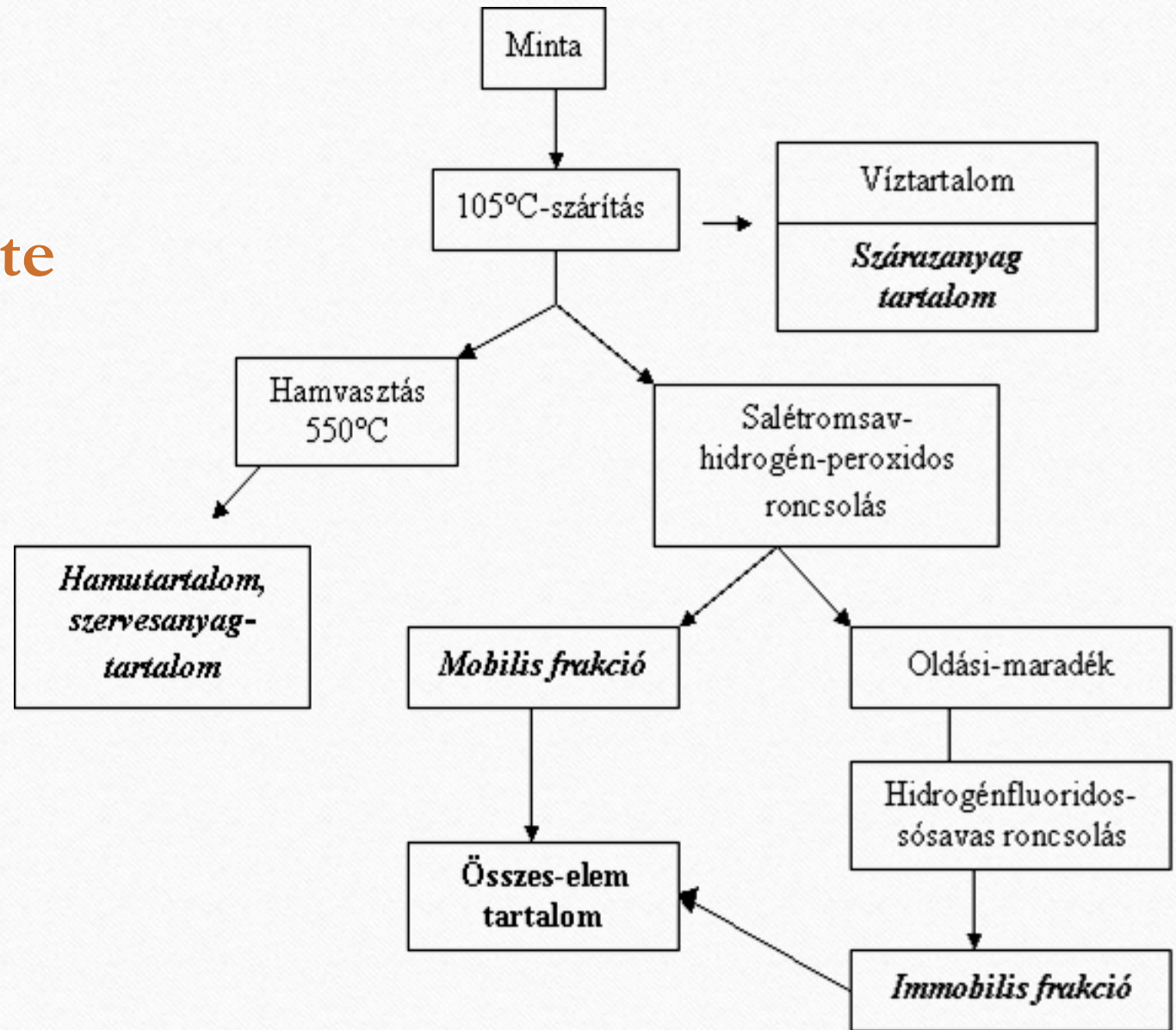


Az üledék részmintákra osztása

(multiproxy analízishez)



Az üledékminta előkészítésének menete



A mérési folyamat hibái

A hagyományos analitikai mérés és a környezetvédelmi analitikai mérés hibaforrások jelentőségének tekintetében eltérést mutat.

A hagyományos analitika hibáit az (1) egyenlet mutatja be. / σ = szórás/

$$(1) \quad \sum \sigma^2 = \sigma_{m.vétel}^2 + \sigma_{m.elő.}^2 + \sigma_{mérés}^2 + \sigma_{kiérték.}^2$$

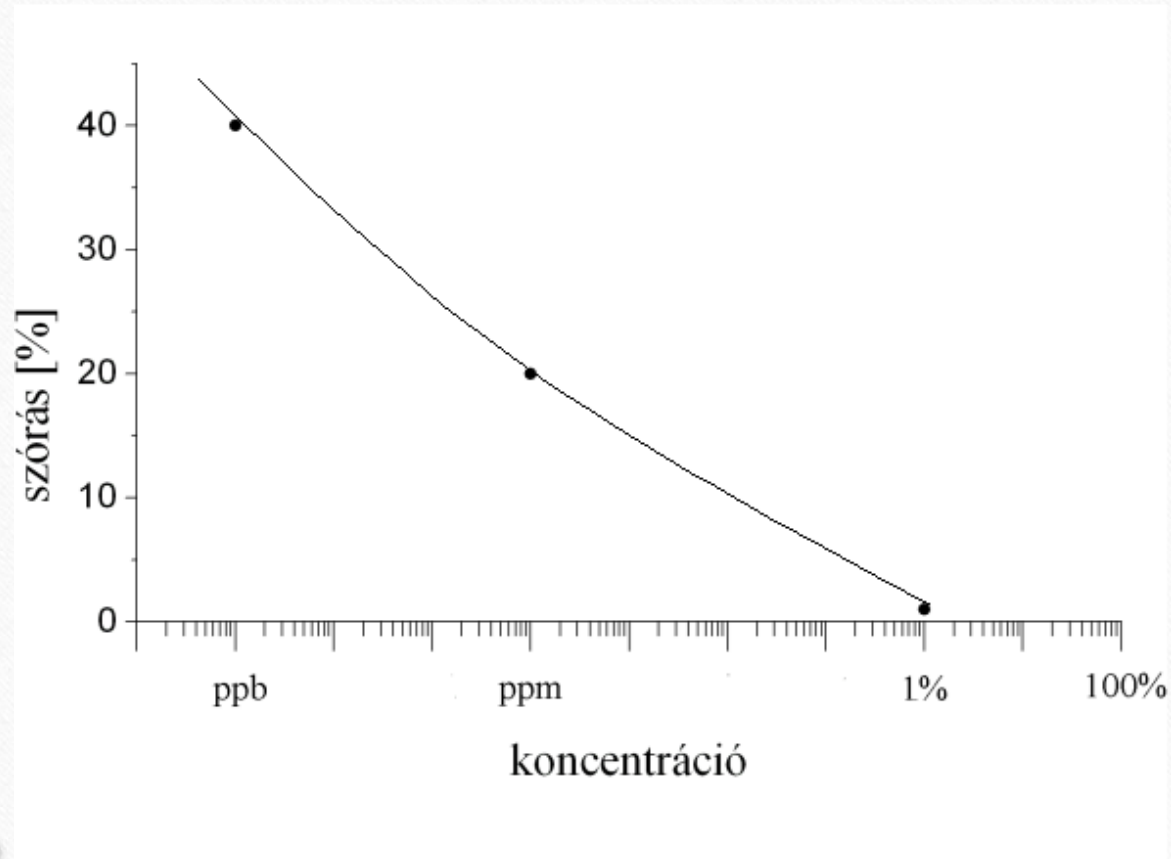
ezzel szemben a környezetvédelmi analitika hibája javarészt a mintavételi és a mintaelőkészítési hibákból – tehát csupán két tagból – adódik:

$$(2) \quad \sum \sigma^2 \approx \sigma_{m.vétel}^2 + \sigma_{m.elő.}^2, \quad \text{ahol}$$

$$(3) \quad \sigma_{m.vétel}^2 > \sigma_{m.elő.}^2$$

A mérési folyamat hibái

Mivel a környezetvédelmi analitikában a mérendő mennyiségek nagyon kicsik, a kapott eredmény szórása viszonylag nagy → **Hornitz-görbe**



komponens koncentrációja a mintában	szórás
1-2%	±1%
ppm	±20%
ppb	±40%

A szórás tehát annak függvénye, hogy a vizsgált komponens milyen koncentrációban van jelen a mintában

A mérési folyamat hibái

Szintén kritikus pontja a környezetvédelmi analitikának, hogy a nagyon kicsi mennyiségek méréséhez elengedhetetlen a mintadúsítás.



Ebből kifolyólag nagy körültekintést igényel a minta-előkészítés lépése. Az adott komponensnek mérhető mennyiségben kell jelen lennie, viszont a mátrix-komponenseket minimumra kell csökkenteni.



A célkomponens jele alatt megbújhat a mátrix-vegyületek jele, ami felülmérést, „**false positive**” jelet eredményez. Ezt a jelenséget **interferenciának** nevezzük.

Néhány példa az analitika buktatóira:

- 1999-ben egy belga állati takarmányt előállító üzemnél transzformátorolajat keverték a csirketápra, ezzel kerülve el az ártalmatlanítás költségeit. Mire kiderült a dolog, már minden állatban közel azonos mennyiségű PCB-t mértek. Így viszont a háttérérték nem volt már megállapítható.
- Tegyük fel, hogy szennyező anyagot engednek a Dunába, ami halpusztulást eredményez. A minta felhígulása nagyon hamar bekövetkezik, ezért nem állapítható meg az eredeti koncentráció.
- Egy gyár a klórozott szénhidrogéneket rosszul kezeli és dioxin szabadul ki. Az uralkodó szélirány É-D, a mérőállomás D-en van. De ha megfordul a szélirány, továbbra is van szennyezés-kibocsátás, viszont a műszer nem jelzi.
- Vízfolyásból történő mintavétel esetén, ha a munkás nem elég alapos és nem sodorvonalból történik a mintavétel, kisebb koncentrációértéket kapunk.
- Megtörtént, hogy egy helyen ivóvíz kloroform tartalmát mértek, ám a mintát olyan edénybe tették, amiben korábban kloroform volt. A kérdéses településre a fals pozitív eredmény miatt 3 napig lajtos kocsin hordták a vizet. A figyelmetlenség nagyon sok pénzvesztéssel járt.

Javasolt irodalom

- Dr. Posta József: Mintavétel és mintaelőkészítés, egyetemi jegyzet (Debreceni Egyetem)
- Dr. Posta József: Atomabszorpciós spektrometria, elektronikus egyetemi tananyag
- Dr. Galbács Gábor – Dr. Galbács Zoltán: A környezetanalitika gyakorlati alapjai, Jate Press, 2009

Köszönöm a figyelmet!

