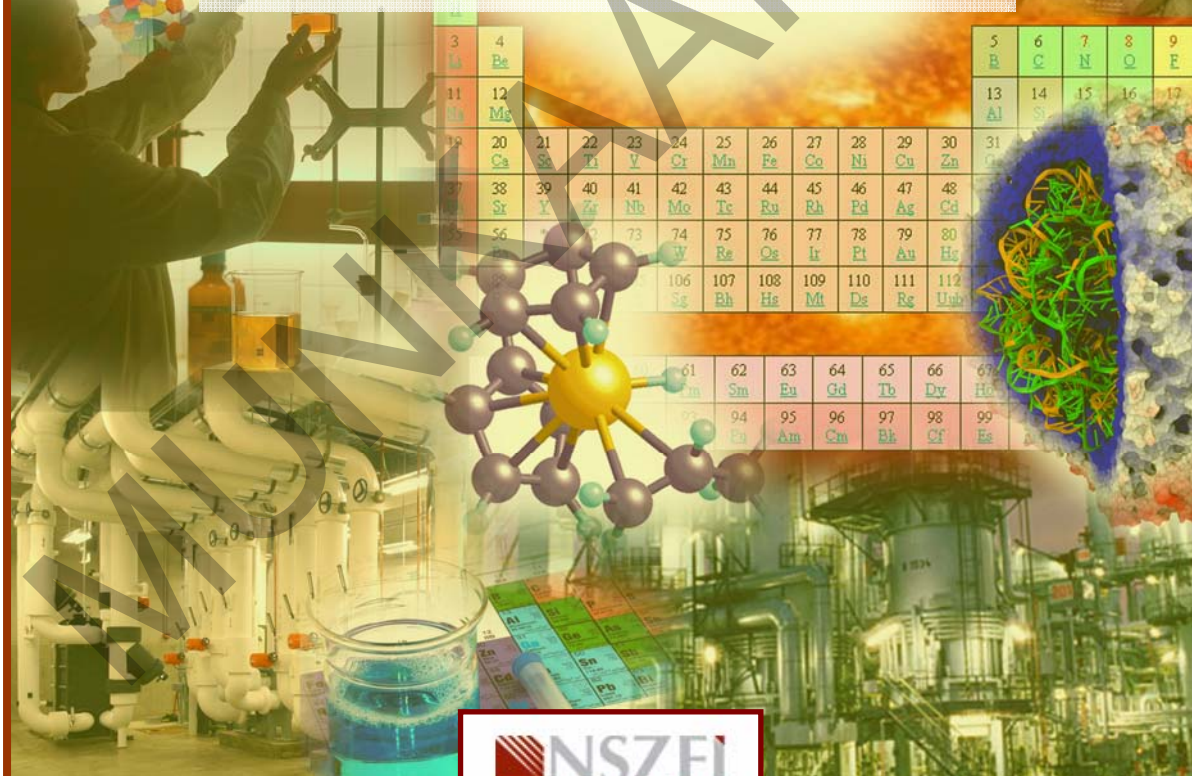


Földiné Dr. Polyák Klára

Minősegbiztosítás, minőség- ellenőrzés, a kémiai laboratóriumban



NSZFI
NEMZETI SZAKKÉPZÉSI
ÉS FELNŐTTKÉPZÉSI INTÉZET

A követelménymodul megnevezése:

Vegyipari minősegbiztosítási technikus feladatok

A követelménymodul száma: 2068-06 A tartalomlelem azonosító száma és célcsoportja: SzT-002-50

MINŐSÉGBIZTOSÍTÁS, MINŐSÉGELLENŐRZÉS A KÉMIAI LABORATÓRIUMBAN

ESETFELVETÉS – MUNKAHELYZET

MEGBÍZÓI IGÉNYEK ÉS AZ ANALÍZIS CÉLJA

"A jelenkori analitikai kémia interdiszciplináris tudomány, amely kölcsönhatásban van valamennyi természettudománnyal, az orvostudománnyal, a törvényszéki orvostannal, egészségtudománnyal, valamennyi technikai és mérnöki tudománnyal, támogatást nyújt mindezeknek, valamint kulturális értékeinknek."

A kémiai információszerzés alapja az analitikai kémiai meghatározások eredményein nyugszik. Megbízható kémiai analízis nélkül nem beszélhetünk korszerű természettudományos kutatásról, környezeti állapotfelmérésről, vagy hatékony környezetvédelemről. A XX. század végére ellentmondásos helyzet alakult ki az analitikai kémia szerepéről, működési területéről, és társadalmi megítélésével kapcsolatosan. Mind minőségét, mind pedig mennyiségét tekintve, soha nem látott mértékben megnőtt a társadalom igénye az analitikai mérések iránt. A szorosabb értelemben vett vegyiparon kívül, szinte valamennyi iparág minőségbiztosítási és a hatóságok minőségellenőrzési programjai igen nagyszámú analitikai vizsgálatot igényelnek, amihez kapcsolódik még a mezőgazdaság, egészségügy és a környezetvédelem. Az analitikai mérések jelentősége tehát megnőtt.

SZAKMAI INFORMÁCIÓTARTALOM

1. AZ ANALITIKAI KÉMIAI MÉRÉSEK JELENTŐSÉGE

Az analitikai kémia az a tudomány, amely módszereket, műszereket, és stratégiákat dolgoz ki és alkalmaz, hogy információkhoz jussunk az anyag összetételéről és természetéről térben és időben.

A kémiai összetétel becsléséhez leggyakrabban az alábbi kérdéseket kell megválaszolni:

¹ Görög Sándor: Gondolatok az analitikai kémia helyzetéről a nagyvilágban, Európában és hazánkban, <http://kfki.hu/chemonet/osztaly/magykl.html> (2010-07-01)

- Milyen elemeket, vegyületeket, molekulákat, stb. tartalmaz a minta: **minőségi analízis**
- Mennyi az alkotók relatív koncentrációja, **menyiségi analízis**
- Milyen az alkotók térbeli elhelyezkedése, a felületen és a minta teljes tömegében lévő **alkotó elemek aránya**
- Hogyan változik a minta összetétele az időben és a térben: **megfigyelési rendszerek**
- Milyen a mintát alkotó elemek fizikai és/vagy kémiai formája, **módosulat meghatározás**

A megbízható analitikai mérések elvégzésének alapelvei, melyek szerint a megbízó teljes körű kiszolgálása lehetséges:

- *1. Az analitikai méréseknek meg kell felelni az előzetes követelményeknek. A rutinelemzéseknél rendszerint nem okoz gondot a kérdés megfogalmazása, melynek megoldására az analitikai mérés irányul. A kutatás-fejlesztés során azonban a probléma meghatározása a projekt megfogalmazásának részét képezi. A megbízónak lehetnek elképzelései arról, hogyan járulhat hozzá az analitikai vizsgálat a projekt megoldásához, de a megfelelő munkaprogram tervezését jobbra az analitikusra bízza. A mérési programnak azt is rögzítenie kell, hogyan történik meg az eredmények megadása, és fel kell hívni a figyelmet arra, hogy az eredmények csak megfelelő összefüggésben értelmezhetők*
- *2. Az analitikai mérések csak olyan módszerekkel és eszközökkel végezhetők, melyeknek az adott célra való alkalmasságát előzetesen meggyőződünk. Bármilyen analitikai mérést végzünk, a megbízható, jól karbantartott, ellenőrzött (kalibrált), és hitelesített eszközök használata alapvető fontosságú*
- *3. Az analitikusnak megfelelő képesítéssel és tudással kell rendelkeznie a feladat elvégzéséhez. Megtörténhet, hogy az analitikus nem rendelkezik előzetes tapasztalatokkal a feladat megoldásához, de mindenképpen tisztában kell lennie az elemzésre vonatkozó alapelvekkel*
- *4. A laboratórium szakmai teljesítményét időközönként független szakértőknek ellenőriznie kell. A laboratórium belső minőségellenőrzése a ott végzett mérések megbízhatóságát jelzi. A független értékelés és a szakértői vizsgálatokban való részvétel révén vagy referencia anyagok mérése arról tájékoztat, hogy a laboratórium teljesítménye hogyan viszonyul más laboratóriumokhoz*
- *5. Adott helyen elvégzett analitikai vizsgálatoknak összhangban kell lennie a más laboratóriumban végzett mérésekkel. A referencia anyagok használata és a mérési bizonytalanság meghatározása a más laboratóriumokban elvégzett hasonló mérésekkel való összehasonlíthatóságot célozza*
- *6. Az analitikai méréseket végző laboratóriumoknak pontosan meghatározott minőségellenőrzési és minőségbiztosítási eljárásokkal kell rendelkezniük. A mérések minőségbiztosítását célzó intézkedéseknek illeszkedniük kell a laboratórium minőségügyi rendszerébe az áttekinthető és következetes munka érdekében*

Az analízis a mintavételtől az eredmény megadásáig tart. Az analitikai mérések minőségbiztosítása (Quality Assurance, QA) mindazon tervezett és rendszeres tevékenységek összessége, amelyek azt hivatottak biztosítani, hogy az analízis megfeleljen az adott minőségi követelményeknek, pl. kalibrálás, műszerek karbantartása, ellenőrzés, felülvizsgálat.

A minőség-ellenőrzés (Quality Control, QC) azoknak a működési eljárásoknak és tevékenységeknek az összessége, amelyeket a minőségi követelmények teljesítése céljából alkalmazunk, pl. ellenőrzőkártyák, vak meghatározások, standard hozzáadásával készített minták, ismételt meghatározások, vakminták.

Az analízis folyamatában a mintavétel a legelső és a legtöbb hibával terhelt lépés. A mintavételt gyakorlott személynek kell végeznie, aki megérti a feladatot, és megfelelő kémiai ismeretekkel rendelkezik.

2. AZ ANALITIKAI KÉMIÁBAN HASZNÁLTATOS ALAPFOGALMAK²

Egy módszer **érvényesítése (validálása)** az a tevékenység, amely rendszerezett vizsgálatok segítségével bizonyítja, hogy a módszer teljesítményjellemzői kielégítik az analitikai módszerrel szemben támasztott követelményeket.

A mérési módszerek teljesítményjellemzői:

- Selektivitás és specifitás (Selectivity & specificity)
- Tartomány (Range)
- Linearitás (Linearity)
- Érzékenység (Sensitivity)
- Kimutatási határ (Limit of Detection)
- Meghatározási határ (Limit of Quantitation)
- Zavartűrés (Ruggedness)
- Helyesség (Accuracy)
- Precizitás (Precision)

² Horwitz, W.: Nomenclature for Sampling in Analytical Chemistry, (Recommendations 1990), (A mintavétel nevezéktana az analitikai kémiában, Ajánlások) IUPAC, Pure Appl. Chem. (1990) 62 (6) 1193–1208

Egy módszer **szelektivitása** arra vonatkozik, hogy a módszer milyen mértékben képes adott alkotó meghatározására egyéb zavaró alkotók jelenlétében. Azt a módszert, amely a meghatározandó alkotó vagy alkotók egy csoportjára tökéletesen szelektív, specifikusnak nevezzük. A szelektivitás mértékének megállapítása céljából az elemzéseket különböző mintákkal, a tiszta standard oldatoktól a komplex mátrixokig, el kell végezni. Minden esetben meg kell határozni a kérdéses alkotó(k) meghatározásának elérhető mértékét, és meg kell állapítani a feltételezett zavaró hatásokat (A módszer alkalmazhatóságára vonatkozó bármilyen korlátozást a módszer dokumentációjában rögzíteni kell).

A mennyiségi elemzés céljára a módszer **méréstartományát**, az alkotót különböző koncentrációban tartalmazó minták elemzésével, a válaszjel meghatározásával kell megállapítani, kijelölve azt a munkatartományt, amelyre az adott feladatnál kielégítő helyesség és precizitás érhető el. Az analitikai mérőgörbét az alkotót különböző koncentrációban tartalmazó minta elemzési eredményeiből regresszióval számíthatjuk ki, általában a legkisebb négyzetek módszerének alkalmazásával. A komponens válaszjele és a koncentráció között nem kell feltétlenül lineáris összefüggésnek lennie, hogy a módszer hatékonyan alkalmazható legyen. A jó linearitású módszerek esetén 5 különböző pont (plusz a vak) általában elegendő az analitikai mérőgörbe elkészítéséhez. Nem-lineáris összefüggés esetén több standard alkalmazására van szükség. Amennyiben a linearitás nem teljesül egy adott eljárás során, a számítás megfelelő algoritmusát meg kell határozni.

Az analitikai mérőgörbe **linearitásán** azt értjük, hogy a mérőgörbe adott tartományában, az ún. lineáris tartományban, adott megbízhatósággal egyenesnek tekinthető. A linearitást a méréstartományt lefedő koncentrációjú minták elemzésével határozzuk meg. Az eredményekből a legkisebb négyzetek módszerével számítjuk ki a regressziós egyenest az alkotó koncentrációja függvényében. Előnyös, ha a módszer az alkalmazni kívánt munkatartományban lineáris, de ez nem feltétlenül követelmény.

Az **érzékenység** az analitikai mérőgörbe meredeksége, azaz a mért analitikai válaszjelnek a koncentráció vagy az anyagmennyiség szerinti deriváltja (egységnyi koncentrációváltozásra jutó válaszjel változás).

Egy alkotó **kimutatási határa** az a koncentráció, vagy anyagmennyiség, amelyhez tartozó válaszjel értéke megegyezik a vak minta közepes válaszjelének és a vak minta válaszjel háromszoros tapasztalati szórásának összegével. A minőségi elemzésben elterjedt, hogy több különböző koncentrációjú minta elemzésével határozzák meg a kimutathatóság pontos határát.

A **meghatározási határ** (a mennyiségi mérés alsó határa) az a legkisebb koncentráció, vagy anyagmennyiség, amely még elfogadható helyességgel és precizitással határozható meg. A meghatározási határ megfelelő standard minta segítségével állapítható meg. Általában ez az analitikai mérőgörbe legalsó értékelhető pontja. Extrapolációval történő meghatározás nem fogadható el. A meghatározási határ megadásakor fel kell tüntetni az ehhez elfogadott helyességi és precizitási követelményt is.

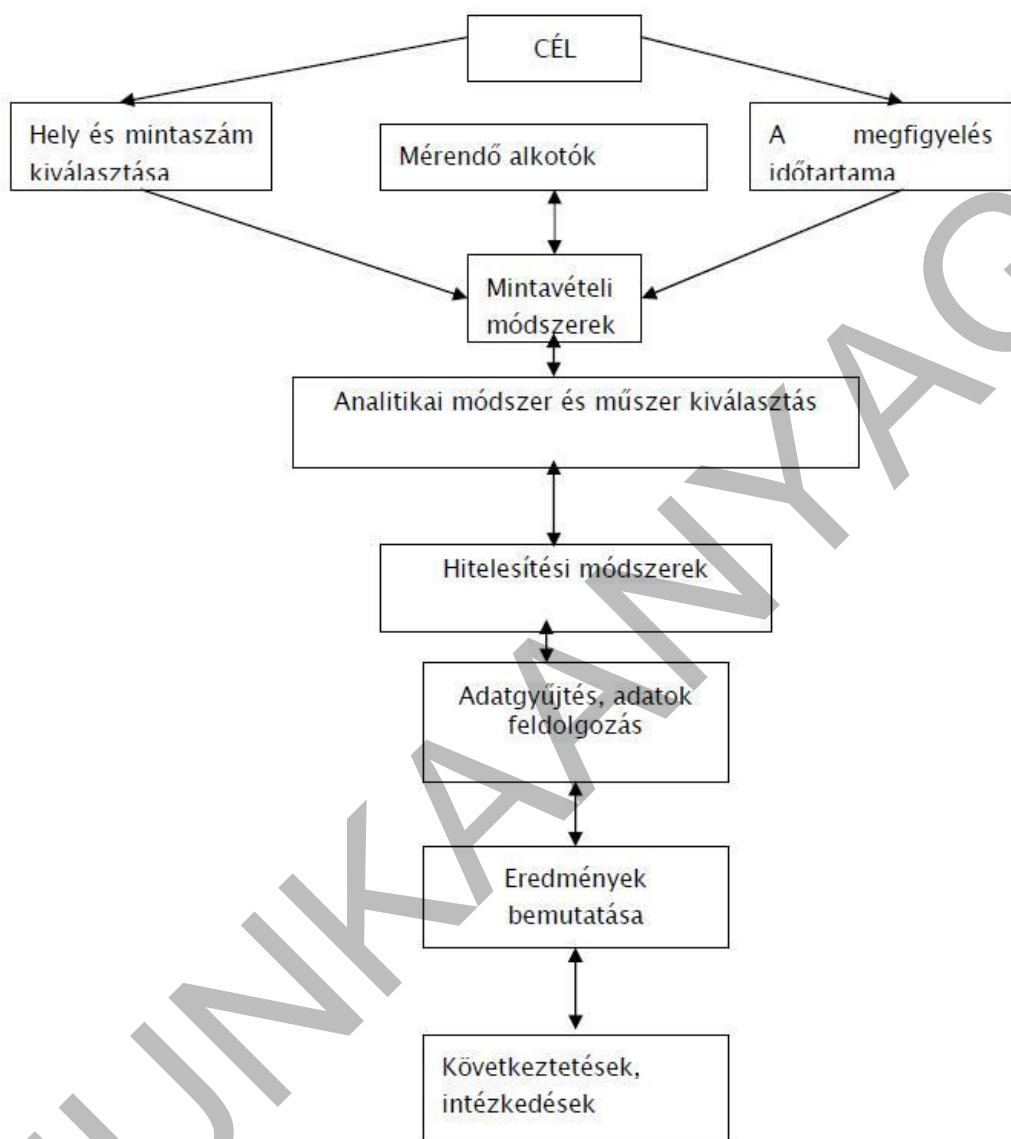
Zavartűrés (Eszköz- és környezetállóság). Ha különböző laboratóriumok ugyanazt a módszert alkalmazzák, akkor elkerülhetetlenül jelentkeznek olyan apró eltérések, amelyeknek esetleg számottevő hatásuk lehet a módszer teljesítményére. A módszer zavartűrését úgy vizsgáljuk, hogy szándékosan változtatjuk a módszer paramétereit és vizsgáljuk azok következményeit. Számtalan tényezőt kellene vizsgálni, de mivel többségüknek a hatása elhanyagolhatóan kicsi, több tényező együttes vizsgálatára is lehetőség van. A zavartűrést általában először a módszerfejlesztő laboratórium vizsgálja meg, mielőtt más laboratóriumok közreműködésére sor kerülne.

A **módszer helyessége** a méréstartomány torzítatlanságának (valódiságának) a mértéke. Egy módszer annál helyesebb, minél kisebb a várható érték és a valódi érték különbsége. Meghatározása megfelelő és megbízható referenciaanyag elemzésével történhet. Ha megfelelő referenciaanyag nem áll rendelkezésre, a helyesség becslése úgy is elvégezhető, hogy a mintához kémiai standard anyag ismert mennyiségét adjuk és meghatározzuk az addíció előtti és utáni analitikai válaszcél értékeit. Az addíció érvénye korlátozott, a helyesség meghatározására csak a hozzáadást követő koncentrációszakaszra alkalmas. A helyességet egy (standard) elfogadott módszer vagy több eljárás eredményeivel történő összehasonlítás és/vagy laboratóriumok közötti körvizsgálat segítségével is meghatározhatjuk.

A **módszer precizitása** (szorossága) a kölcsönösen független megismételt vizsgálatok eredményei közötti egyezés mértéke, rendszerint a tapasztalati szórással kifejezve. Értéke általában függ a komponens koncentrációjától, ezért ezt a koncentrációfüggést meg kell határozni, és dokumentálni kell. A precizitás különböző módon adható meg, attól függően, hogy meghatározása milyen körülmények között történt. Az ismételhetőség a precizitás azon fajtája, amely ismételhető körülmények között elvégzett kísérletekre vonatkozik, vagyis: azonos módszer, azonos anyag, azonos műszer, azonos kezelő, azonos laboratórium. A reprodukálhatóság a precizitás azon fajtája, amely reprodukálható körülmények között elvégzett kísérletekre vonatkozik, vagyis: azonos módszer, különböző műszer, különböző kezelő, különböző laboratórium.

3. A VIZSGÁLATI PROGRAM MEGTERVEZÉSE

A vizsgálati program a cél megfogalmazásától az eredmények kiértékeléséig, a következtetések levonásáig tart. Az analízis folyamata ezen belül a mintavételtől az eredmény megadásáig terjed.



1. ábra. Az analitikai kémiai vizsgálatok megtervezése

4. MINTAVÉTEL³

4.1. A mintavétellel kapcsolatos alapfogalmak

A mintavétel módja alapvetően az elemzés céljának függvénye. A következőkben néhány mintavétellel kapcsolatos fogalmat foglalunk össze.

A **minta** a vizsgálandó anyag egy része a vizsgálat céljának megfelelően kiválasztva az anyag egy nagyobb tömegének vagy annak környezetben előforduló koncentrációjának jellemzésére (2. ábra).



2. ábra. Illegálisan lerakott szemét

A **mintavétel** azon műveletek összessége, amelyek segítségével a mintát a vizsgálandó anyagtól elkülönítjük.

A **mintakezelés** mindazon műveletek összessége, amelyeken a minták a mintavétel során keresztülmennek, a mintázandó anyag kiválasztásától a minták és/vagy mintarészletek megsemmisítéséig.

A **részminta** (alminta): kiválasztás vagy osztás útján nyert mintarészlet, vagy a minta egy részleteként választott egység, vagy egy többlépcsős mintavétel utolsó egysége.

A **minta-előkészítés** a mintából vagy almintából a vizsgálati mintarészlet kiválasztása utáni eljárásokat jelenti, többek között: laboratóriumi mintafeldolgozást, szilárd halmazállapotú anyagoknál pl. keverést, tömegcsökkentést, összegyűjtést és negyedelést, átforgatást, őrlést és darálást (Nem azonos a minta elemzés előtti előkészítésével).

A **vizsgálati mintarészlet** az analízis céljára ténylegesen bemért anyag.

Az **ellenminta** a vizsgálati mintarészletből elkülönített, megfelelően és azonosíthatóan tárolt, ellenőrzésre bármikor felhasználható mintarészlet.

³ A mintavétel nemzetközi szabványai: ISO 707:1985; ISO 2859-Part 1:1989; ISO 2859-Part 2:1989; ISO 3951:1989; ISO 7002:1986; ISO 8213:1986; ISO 6206:1979.

A **mintavételi utasítás** a mintavétel és a vizsgálat céljának megfelelő, a mintavétel során kötelezően betartandó szakmai tevékenységek leírása.

A **mintavétellel foglalkozó laboratórium** olyan laboratórium, amely rendelkezik azokkal a személyi, szakmai és technikai (tárgyi) feltételekkel, amelyek alapján a laboratórium alkalmas adott szakterületen szabványos vagy egyedi módszerekkel történő mintavételi feladat elvégzésére.

4.2. A mintavételi terv

Valamennyi mintavételi tevékenység során mintavételi tervet kell készíteni. A mintavételi tervnek legalább az alábbiakat kell tartalmaznia:

- A vizsgálat és a mintavétel célja
- A mintavételi stratégia leírása (információ a mintavételről és a vizsgálati programról)
- Megfelelő háttér információ a mintavételi helyről, környezetről, előzményekről
- A mintákból meghatározandó alkotók
- A mintavételi hely(ek), típusok, a mintavétel gyakorisága, mintavételi térkép készítése
- Egyéb információk (pl. pH, hőmérséklet, időjárási körülmények, mélység, stb.)
- A mintavételi módszer részletes leírása
- A minták jelölése, dokumentálása, címkézése
- A minták előkezelése (pl. szűrés, savanyítás, oxidációt gátló adalékok hozzáadása, stb.)
- A minták csomagolása és tárolása, a mintatároló edények anyaga
- Annak biztosítása, hogy a minta ne szennyeződjön (pl. ne történjék adszorpció vagy reakció a mintagyűjtő berendezéssel, a mintatovábbító vonallal, stb.)
- A mintavétel személyi feltételei
- A mintavételi berendezés(ek), azok kalibrálása és dokumentálása
- Az esetenkénti helyszíni vizsgálatok, mérések adatai (pl. helyszíni vízvizsgálatok)

1. 4.3. A mintavételi jegyzőkönyv

A mintavételt végző személy a mintavétellel kapcsolatos minden szakmai információt a mintavételi jegyzőkönyvben rögzít. A mintavételi jegyzőkönyvnek a következőket kell tartalmaznia:

- A mintát vevő személy laboratóriumának neve, címe
- A vizsgálatot végző és/vagy megbízó neve és címe
- A mintavételi jegyzőkönyv egyedi azonosítója és a jegyzőkönyv oldalainak azonosítása
- A mintavétel ideje
- A mintavétel helye (a mintázott objektum megnevezése, ha indokolt helyszínrajz, térkép vagy fényképmelléklettel is, 2–4. ábra)
- A mintavétel módjának, folyamatának leírása, hivatkozással a mintavételi tervre
- A mintavétellel kapcsolatos minden olyan információ megadása, amely hatással lehet a vizsgálat eredményére (nyomás, hőmérséklet, esetleg meteorológiai viszonyok stb.)

- A minta tulajdonságainak megadása
- A mintavételi berendezés megadása
- Az alkalmazott kísérő standardok megnevezése és mennyisége



3. ábra. Vízmintavétel helyszíni mérésekkel



4. ábra. Regionális hulladéklerakó hely

- Az elsődleges minták, a párhuzamos minták és az ellenminták számának, elhelyezésének a megadása
- Az esetenkénti helyszíni vizsgálatok, mérések adatai
- A mintavételi jegyzőkönyv kiadásának időpontja
- A mintavételi jegyzőkönyv aláírására jogosult(ak) megnevezése és aláírása(i)

4.4. A mintavétel stratégiájának tervezésénél, bevezetésénél vagy végrehajtásánál betartandó fontos szabályok

1). A mintavételt szükségessé tevő analitikai problémát folyamatában meg kell érteni és a mintavételi eljárást ennek megfelelően kell megtervezni. A követendő mintavételi stratégia a probléma természetétől függ, például:

- a) Az alkotók mintán belüli átlagos koncentrációjának meghatározására van szükség
- b) Az alkotók mintán belüli koncentrációprofiljának meghatározására van szükség
- c) A mintában egy adott szennyező előfordulása valószínűsíthető

Ezen kívül más, nem analitikai tényezők figyelembevételére is szükség lehet, például a vizsgálandó terület természetére vonatkozóan.

2). A környezetből vett minták esetében téves azt feltételezni, hogy a minta homogén, még ha annak tűnik is. Ha a minta szemmel láthatóan két vagy több fizikai fázisból áll, az alkotó megoszlása mindegyik fázisban különböző lehet. Akkor járunk el megfelelően, ha a fázisokat egymástól elkülönítjük, és különálló mintáknak tekintjük. Hasonlóképpen lehetséges a fázisok egyesítése és homogenizálása, ekkor egy mintát kapunk. Szilárd anyagok esetében az alkotó koncentrációja számottevően változhat, ha az anyag szemcseméret-eloszlása jelentős mértékben változik és az anyag egy idő után, kiülepedhet. Mintavétel előtt ezért célszerű az anyag összekeverése a reprezentatív szemcseméret-eloszlás biztosítása céljából. Például a referencia anyagként használt pernye mintákat tartalmazó üvegben teflon golyót helyeznek el, és a rész minta vétele előtt az edényt a részletesen megadott módon 2 percig erősen rázni kell. Hasonlóképpen, az alkotó koncentrációja számottevően változhat a nagyobb tömegű szilárd anyag különböző részein attól függően, hogy az milyen hatásoknak van kitéve.

3). A vizsgálni kívánt alkotó tulajdonságait számításba kell venni. Illékonyság, fényérzékenység, hőinstabilitás és kémiai reakciókészség mind fontos szempontok, amelyeket a mintavételi stratégia kialakításánál és az eszközök kiválasztásánál, a csomagolás és a tárolás körülményeinek megválasztásánál tekintetbe kell vennünk. A minta- vagy rész minta-vételre, mintakezelésre, minta-előkészítésre vagy extrakcióra használt eszközöket úgy kell megválasztani, hogy elkerüljük a minta természetének olyan nemkívánatos megváltozását, amely az elemzésre hatással lehet. A mintavételnél elkövetett tömeg- vagy térfogatmérési hiba jelentőségét tekintetbe kell vennünk és a használati eszközöket ellenőrizni/hitelesíteni kell. Néhány esetben a mintához stabilizálás céljából vegyszereket kell adni, például savakat vagy oxidáció gátló adalékokat. Ez különösen fontos a nyomnyi koncentrációban lévő alkotók meghatározása esetében, ahol az alkotók adszorpciója a tárolásra szolgáló edény falán jelentős lehet. Természetesen ekkor a mintában eredetileg bent lévő egyedi módosulatokat nem határozhatjuk meg.

4). A minta csomagolását és a minta kezelésére használt eszközöket úgy kell megválasztani, hogy a mintával érintkező felületek gyakorlatilag inerteek legyenek. Különösen ügyelnünk kell arra, hogy a mintatartóból vagy dugójából fémek vagy lágyítószeresek kerülhetnek a mintába, és azt elszennyezhetik. A csomagolásnak azt is biztosítania kell, hogy a minta kezelése során kémiai vagy mikrobiológiai veszélyt nem okozzon. A mintát tartó edény lezárását úgy kell elvégezni, hogy a mintatartóból minta ne távozhasson, illetve oda szennyeződés ne kerülhessen be.

5). A minták címkézésének egyértelműnek kell lennie, hogy azonosítsa a mintákat a mintavételi körülményekkel. A minta címkézése különösen fontos a további analitikai feldolgozás során, ahol a minta további osztására, részminták létrehozására vagy módosítására kerülhet sor. Ilyenkor az újabb információ feltüntetése is célszerű, mint például a fő mintára és annak extrakciós almintáira vagy részminták osztására való utalás. A mintákat oly módon kell tárolni, hogy az állapotuk változatlan maradjon.

6). Bármilyen legyen is a mintavétel stratégiája, döntő fontosságú, hogy a mintavételt végző személy egyértelmű feljegyzéseket készítsen az alkalmazott eljárásokról azért, hogy a mintavétel folyamata az eredetivel pontosan egyező módon megismételhető legyen. A rutinszerűen használt mintavételi eljárásokat teljes mértékben dokumentálni kell. Amennyiben az eredeti anyagból több mint egy minta vételére kerül sor, hasznos lehet a dokumentáció részeként egy diagramot mellékelni, amely a mintavétel térképét tünteti fel. Ez egyrészt megkönnyíti a mintavétel újbóli elvégzését egy későbbi időpontban, másrészt segítséget nyújthat a vizsgálat eredményeiből következtetések levonásához. Jellemző alkalmazás a nagy területen történő talajmintavétel a kémények emisszójának vizsgálata céljából.

Ahol a laboratórium nem felelős a mintavételért, célszerű a jelentésben rögzíteni, hogy a mintákat a beérkezett formában elemezték. Ha a mintavételt a laboratórium végezte vagy irányította, célszerű a jelentésben az alkalmazott eljárást ismertetni és az eredményekre ebből adódó esetleges korlátokat is feltüntetni.

4.5. Mintavételi szempontok a mintavétel bizonytalanságának becslésére

A mintavételi program céljai és elvárásai arra irányulnak, hogy a terv reális, költség és haszon figyelembevételével készül. Az analízis eredményének bizonytalansága egyszerűen kifejezhető:

$$s^2_t = s^2_{\text{mintavétel}} + s^2_{\text{mérés}}$$

ahol s a becsült tapasztalati szórás, t az analízis összes hibája (total hiba). Rendszerint $s^2_{\text{mérés}} \ll s^2_{\text{mintavétel}}$.

$s^2_{\text{mintavétel}}$ rendszeres és véletlen tényezők, pl. respirábilis frakció gyűjtése esetén a berendezés kalibrálása a kívánt szemcseméretű frakció összegyűjtése miatt, az alkotó adszorpciója a mintagyűjtő berendezés falán, vagy a mintatovábbító vonalon, az alkotó reakciója más alkotókkal vagy a mintagyűjtő/tároló anyagával, hőinstabilitás, levegővel való érintkezés (a víz oxigén tartalmának meghatározás esetén).

A minta-előkészítés véletlen hibája a mérési körülményektől függően vagy a mintavétel bizonytalanságához, vagy a mérési bizonytalansághoz adható. Ha környezeti mintákat elemzünk és számos hosszadalmas, több lépéses minta-előkészítést kell végrehajtani, a műveletek bizonytalansága a mintavétel hibájához adódik. Ha bizonylatolt referencia anyagot, vagy standard mintát elemzünk, ahol nincs szükség mintavételre, a minta-előkészítés bizonytalansága a mérés hibájához adódik.

A mintavétel és minta-előkészítés rendszeres bizonytalansága az egyes lépések bizonytalanságából adódik össze:

$$\Delta_{\text{total}} = \Delta_1 + \Delta_2 + \dots + \Delta_n$$

A véletlen bizonytalanság a hibaterjedés szabályai szerint becsülhető:

$$S^2_{\text{mintavétel}} = S^2_1 + S^2_2 + \dots + S^2_n$$

A megbízható analízishez a mérések eredményét a vak és ellenőrző minták elemzése során mért értékekkel történő korrekció után kell megadni. A környezeti minták analízisének például az alábbi típusú vak minták összegyűjtése és elemzése szükséges:

- Szabadtéri vak: a gyűjtés során bekövetkező szennyeződés mértékére ad felvilágosítást. Zárt mintavevő edényt kétszer desztillált, ioncserélt vízzel töltünk fel, javaslat 1 vak/mintavételi csapat /d/ mintavételi berendezés
- Szállítási vak: a mintatartó edény (+ tartósító), szállítás/tárolás. Zárt mintavevő edényt kétszer desztillált, ioncserélt vízzel töltjük fel, és a vizsgálandó mintákkal együtt szállítjuk/tároljuk, javaslat 1 vak /d/ minta fajta.
- Minta-előkészítési vak: őrlés, homogenizálás, részminta vétele, stb. Valamennyi eszközt kétszer desztillált, ioncserélt vízzel átmosunk és az alkotó/k koncentrációját meghatározzuk, javaslat 1 vak/20 előkészített minta
- Reagens vak a felhasznált vegyszerekben az alkotó koncentrációját meghatározzuk. Előnyös, ha $C_{\text{alkotó}} < L_{\text{oD}}$. A vak értékkel korrigáljuk a mérési eredményeket

A vak és ellenőrző minták elemzése alapvető fontosságú, és a legegyszerűbb, legolcsóbb módja a mintavétel bizonytalanságának becslésére.

5. A VIZSGÁLATI MÓDSZER KIVÁLASZTÁSA⁴

Az analitikai kémiai módszerek alkalmazása során mindig **mérést** végzünk, amely az a tevékenység, melynek segítségével tárgyak, fizikai folyamatok lényeges tulajdonságait határozzuk meg. A mérés információszerzés, amikor is mind minőségi, mind pedig mennyiségi információhoz jutunk. Az utóbbi esetben a fizikai mennyiség **mérőszámát** határozzuk meg, amely a mért mennyiség **mértékegységben** kifejezve.

⁴ Inczédy János: Folyamatos és automatikus analízis, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1984.

A műszeres analitikai módszerek alapvető jellegzetessége, hogy a vizsgálandó anyagnak olyan fizikai vagy fiziko-kémiai sajátosságát mérjük, amelynek mértéke a vizsgált anyag mennyiségével, koncentrációjával meghatározott függvénykapcsolatban van. A mért sajátosság és a tömeg (koncentráció) közötti függvénykapcsolat ellenőrzésre szorul, az analitikai mérőgörbét el kell készíteni. A műszeres analitikai módszerek előnye:

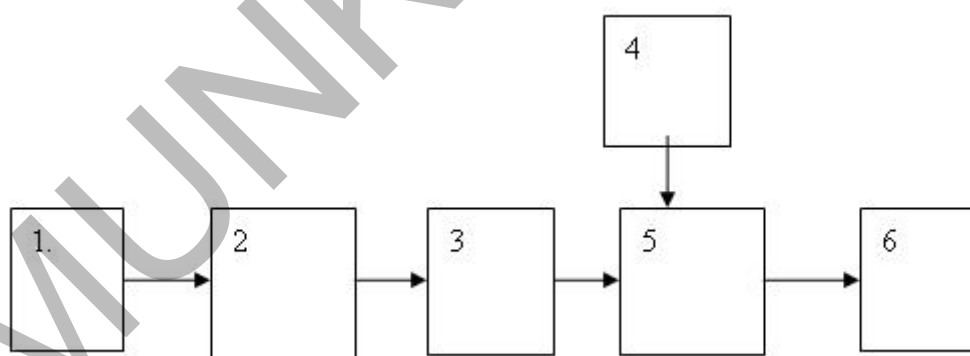
- Kisebb a véletlen hiba
- Automatizálhatók
- Folyamatos mérés valósítható meg
- A vezérlést és kiértékelést a számítógéppel összekapcsolt rendszerek biztosítják

Az adott feladathoz az elemző rendszer kiválasztása, a műszer beszerzése, üzembe helyezése, megbízható és pontos működtetése az analitikus feladata. A tervezést technológussal, a kutatás vezetőjével együttműködve kell megvalósítani.

Az elemző rendszerek csoportosíthatók a működés módja, az ellenőrzött rendszerbe való illeszkedése, továbbá a mért sajátosság és működési alapelv szerint.

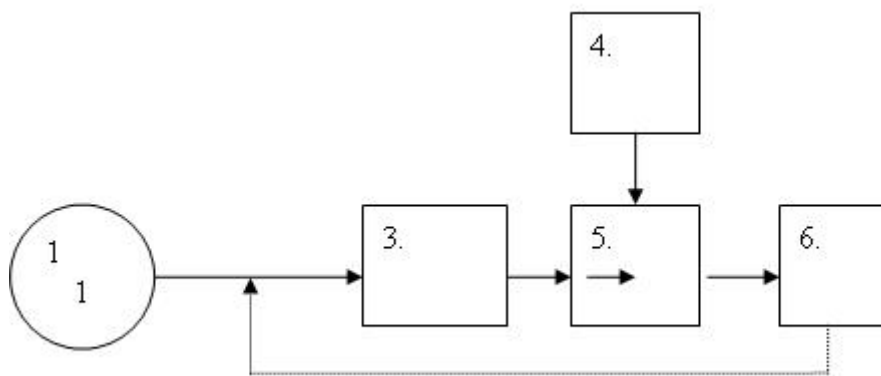
A **működés módja** szerint lehetnek folyamatos és szakaszos (periodikusan működő) rendszerek. A **vizsgált rendszerbe való illeszkedés** szerint lehet off-line, on-line és in-line rendszerek.

A vizsgált rendszertől eltérő helyen (pl. laboratóriumban) végzett analízis (off-line): mintavétel, minta-előkészítés, elválasztás (tisztítás, dúsítás), mérés (jelgenerálás, jelfeldolgozás), összehasonlító jelforrás (hitelesített standard minta), értékelés, kijelzés (5. ábra).



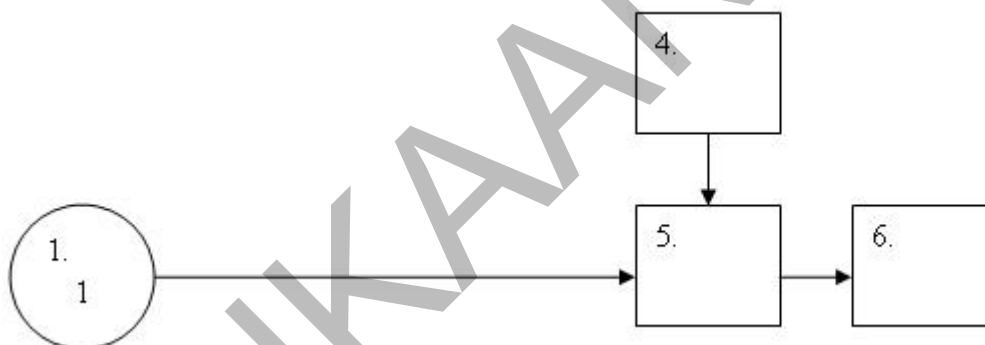
5. ábra. Off-line módszer. Réz meghatározása talajban: mintavétel (1), minta-előkészítés (2), elválasztás (3) (tisztítás, dúsítás), összehasonlító jelforrás (4) (hitelesített standard minta), mérés (5) (jelgenerálás, jelfeldolgozás), értékelés, kijelzés (6)

A vizsgált rendszerhez csatolt analízis (On-line): mintavétel, elválasztás (tisztítás, dúsítás), mérés, összehasonlító jelforrás, értékelés, kijelzés (6. ábra).



6. ábra. On-line módszer. SO₂ meghatározása levegőből: mintavétel (1), minta-előkészítés (3), összehasonlító jelforrás (4) (hitelesített standard minta), mérés (5) (jelgenerálás, jelfeldolgozás), értékelés, kijelzés (6)

A vizsgált rendszerbe helyezett érzékelővel végzett analízis (In-line: közvetlen érzékelés, összehasonlító jelforrás, értékelés, kijelzés (7. ábra).



7. ábra. In-line módszer. Oldat só-koncentrációjának (kazán tápvizek minőségének folyamatos ellenőrzése) mérése: közvetlen jelforrás, érzékelő (1), összehasonlító jelforrás (4) (hitelesített standard minta), mérés (5) (jelgenerálás, jelfeldolgozás), értékelés,

Az elemző rendszerek csoportosítása a **mért sajátság és működési elv** szerint a következő:

- Az egyik csoportba azok sorolhatók, amelyek működése valamilyen fizikai vagy fizikai-kémiai sajátság közvetlen mérésén alapul (fényelnyelés, elektromos vezetés mérése, stb.). A szelektivitás és az összehasonlító mérésellenőrzés (kalibrálás) megbízhatósága kémiai reakciókkal növelhető (pl. spektrofotometria)
- A második csoportba azok a műszerek tartoznak, amelyek működése az extenzív tulajdonságok mérésén alapul (pl. titrálók, kulométerek, térfogatós gázelemzők), működésükhöz kémiai reakció szükséges, szelektív, pontosabb meghatározást tesznek lehetővé

6. MÉRÉSI EREDMÉNYEK SZTATISZTIKUS VIZSGÁLATA

6.1. Az analitikai mérések hibái

A **véletlen hiba** (random error) a mérési eredménynek (m) a várható értéktől (μ) való eltérésében mutatkozik meg: $m - \mu$. A véletlen hibák eloszlását normális eloszlásúaknak tekintjük, amely a Gauss-féle valószínűségi függvényvel írható le. Végtelen nagyszámú mérés esetén $\Delta n/n$ az $m \pm \Delta m$ közé eső mérési eredmények relatív gyakorisága, amely annak a valószínűségét fejezi ki, hogy m az $m \pm \Delta m$ tartományba esik.

$$\frac{\Delta n}{n} = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{m-\mu}{\sigma}\right)^2}$$

Az eloszlás helyét μ , a kiterjedését a σ értéke szabja meg. Ha $m = \mu$, akkor a $\Delta n/n$ értéke maximális, vagyis μ a legvalószínűbb érték. A σ a szórás (standard deviáció, SD), a variancia négyzetgyöke. A tapasztalati szórás a következő összefüggéssel határozható meg:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (m - \mu)^2}{n}}$$

n a mérések száma ($\rightarrow \infty$)

A véletlen hiba lehet pozitív és negatív. A mérés precizitására jellemző.

A gyakorlatban nem végzünk végtelen számú vizsgálatot, vagyis a mérések száma általában kisebb, mint 20 ($n < 20$), ilyen esetben a μ és a σ ismeretlen, a közelítő értékeiket számítjuk ki. A μ -t helyettesítjük a mérési eredmények átlagértékével ($\bar{m}$), a σ -t pedig a becsült tapasztalati szórással (SD). Az n ($n=1$ -től n -ig) számú mérési eredmény (m_i) átlagértékét a következőképpen számítjuk ki:

$$\bar{m} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n m_i$$

A becsült tapasztalati szórás (SD):

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (m_i - \bar{m})^2}{n-1}}$$

ahol $n-1$ a szabadsági fokok száma. A szabadsági fok a számításhoz rendelkezésre álló, egymástól független adatok száma.

A relatív szórás ($RSD\%$) a szórás értéke %-ban kifejezve:

$$RSD\% = \frac{SD}{\bar{m}} * 100$$

n mérésből számított középérték szórása (SD_m) és annak relatív értéke (%):

$$SD_m = \frac{SD}{\sqrt{n}} \qquad \% = \frac{SD_m}{m * \sqrt{n}} * 100$$

Az eredmény megadása megbízhatósági határral n számú mérés esetén:

$$\bar{m} = \bar{m} \pm \frac{t * SD}{\sqrt{n}}$$

ahol t a Student-féle eloszlás, a mérések számának (n) és a valószínűségi szintnek megfelelően.

Példa a középérték, SD és RSD kiszámítására

Egy szerves anyag kéntartalmának meghatározására a következő eredményeket mértük m/m%-ban: 2,43; 2,41; 2,40; 2,36; 2,50; 2,40; 2,38. Számítsuk ki az eredmények középértékét, a becsült tapasztalati szórását (standard deviációt, SD), a relatív szórást (RSD%), a középérték szórását, annak %-os értékét, továbbá a középértéket a megbízhatósági intervallummal adjuk meg!

Megoldás:

A mérések száma, $n=7$. A szabadsági fokok száma: $7-1=6$.

A mérési eredmények középértéke: $\bar{m} = 2,40 \text{ m/m\%}$

A becsült tapasztalati szórás (SD): 0,051

A mérési eredmény a megbízhatósági intervallummal ($n=7$; $t(99\text{-os valószínűségi szint})=1,983$): $2,40 \pm 0,04$

A relatív szórás (RSD%)=2,1%

A középérték szórása: 0,019

A középérték szórásának relatív értéke: 0,8%.

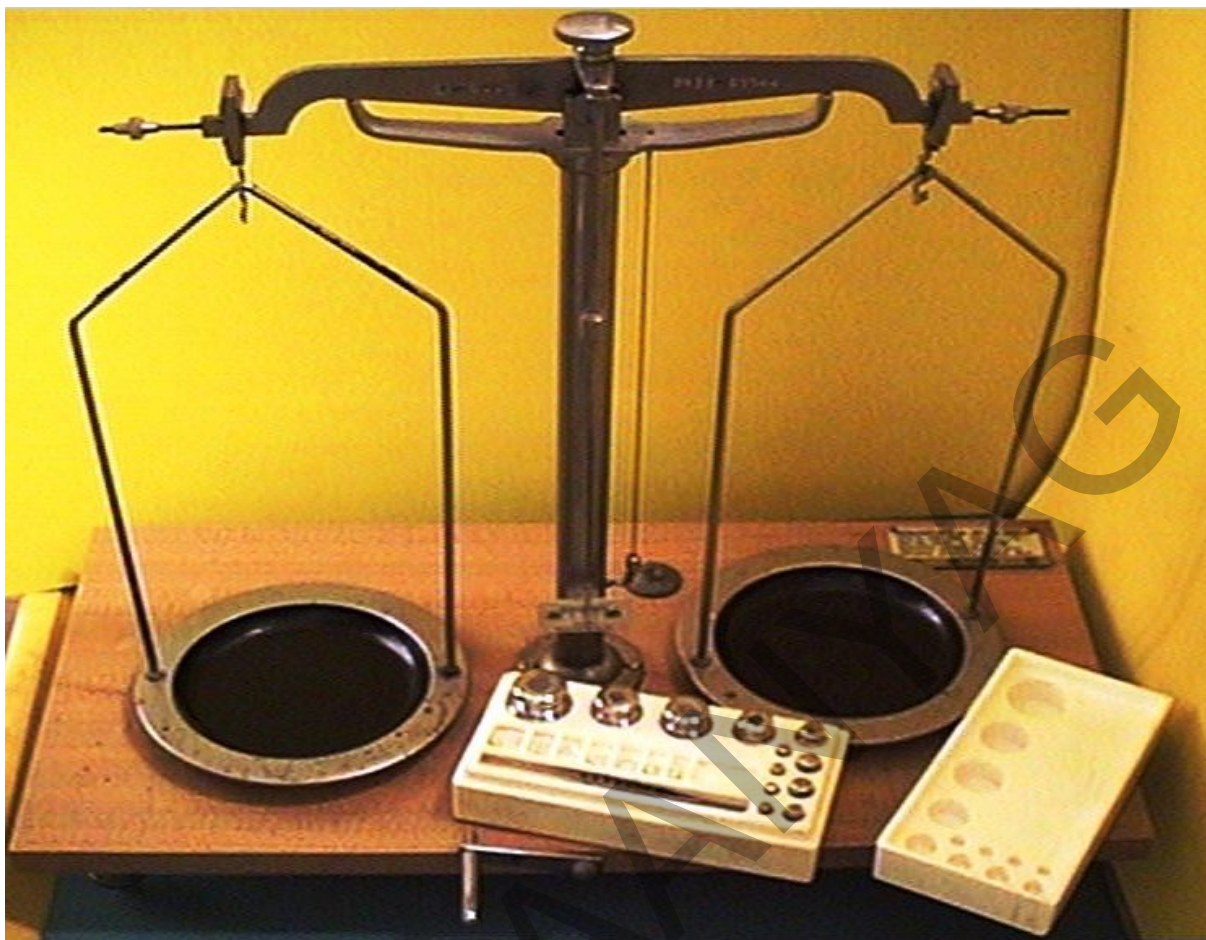
A **rendszeres hiba** (Δ , systematic error) esetén a várható elemzési eredmény (μ) nem egyezik meg a valódi eredménnyel (μ_0): $\Delta = \mu - \mu_0$. A rendszeres hiba az eredmény helyességét mutatja, és mindig egy irányban hat (vagy pozitív, vagy negatív). A rendszeres hiba forrásának néhány lehetséges esete:

- az analitikai módszer,
- a kalibráláshoz használt minta,
- mintavétel hibája,
- a minta bemérése,
- az eljárás műveleti lépései,

- mérés,
- az analitikai mérőgörbe,
- a kiértékelő módszer hibája,
- külső körülmény, időtől függő tényezők.

A rendszeres hiba felkutatása nagyon fontos, mert a műszerek precizitása általában jó, módszertől és műszertől függően a jel mérésének szórása kisebb 1%-nál. Komoly hibát követhetünk el, ha a mintavétel módja nem megfelelő, vagy a műszer nullapontja eltolódik, vagy az ellenőrző minta összetétele nem megfelelő (pl. az analitikai mérleg nincs vízszintes helyzetben).

1. A rendszeres hiba kimutatására és meghatározására használhatunk olyan referenciaanyagot (bizonylatolt referenciaanyag, Certified Reference Material, CRM), melynek összetételét, vagyis az alkotók mennyiségének valódi értékét ismerjük. Ebben az esetben az alkotók mennyiségét igen sok párhuzamos méréssel meghatározzuk. Az n számú mérési eredmény középértékének, becsült tapasztalati szórásának (SD) és a valódi értéknek (μ_0) az ismeretében az alábbi összefüggéssel kiszámítható a Student tényező kritikus értéke:



8. ábra. Analitikai mérleg⁵

$$t = \frac{|\bar{m} - \mu_o|}{SD} * \sqrt{n}$$

Ha t értéke nagyobb, mint az n-1 szabadsági fokhoz tartozó kritikus t érték, akkor a középérték és a valódi érték közötti eltérés nem véletlen, hanem a rendszeres hiba következménye.

2. Bizonylatolt referenciaanyag hiányában a rendszeres hiba kimutatható oly módon is, hogy a minta alkotóját több különböző módszerrel meghatározzuk és a független módszerek közül a legjobbnak vélt eljárást fogadjuk el.

Példa a szignifikáns eltérés meghatározására

⁵ http://sci.u-szeged.hu/inorg/Muszaki_analitikai_kemia

Az analitikai eljárás szórása $SD=\pm 1\%$ és 99%-os valószínűséggel akarjuk megtudni, hogy az eljárással kapott középérték eltér-e a valódi értéktől, akkor a következő határokat kell figyelembe venni!

Megoldás:

Ha $n=2$, akkor

$$t * \frac{SD}{\sqrt{n}} = 63,70 * \frac{1}{\sqrt{2}} = 45,04$$

Ha $n=3$, akkor

$$t * \frac{SD}{\sqrt{n}} = 9,90 * \frac{1}{\sqrt{3}} = 5,72$$

Ha $n=4$, akkor

$$t * \frac{SD}{\sqrt{n}} = 5,80 * \frac{1}{\sqrt{4}} = 2,90$$

Ennek megfelelően két mérés esetén az eljárással kapott eredmény és a valódi érték közötti eltérés csak akkor mondható szignifikánsnak, ha az eltérés 45,045-nál nagyobb; három meghatározásnál a határ 5,72%, négy mérés esetén 2,90%.

6.2. A mérési sorozatok eredményeinek összehasonlító vizsgálata

6.2.1. Kiugró érték vizsgálata

Több párhuzamos meghatározás vagy mérés esetén kaphatunk olyan kiugróan eltérő értéket, amely látszólag a normális szórást meghaladja. Ha sok mérési eredményünk közül egy vagy több eltérése a középértéktől a 3σ értékét meghaladja, akkor azt, mint kiugróan hibás mérési eredményt a statisztikai feldolgozásnál elhagyjuk. Kisebb számú ($n < 20$) mérési eredmény feldolgozásánál a Nalimov-próbát végezzük el. Ehhez legalább három párhuzamos mérési eredmény szükséges. Kiszámítjuk a középértéket ($\bar{m}$), a szórást (SD), majd a gyanús érték eltérését a középértéktől, és azt elosztjuk a szórással.

$$N = \frac{m_i - \bar{m}}{SD}$$

Ha $N > N(95)$ vagy $N(99)$ (táblázatban található megfelelő n párhuzamos mérésszámhoz tartozó $N(95)$ vagy $N(99)$ érték), akkor az m_i gyanús érték, elhagyjuk, és új középértéket és szórást számolunk.

Példa a kiugró érték meghatározására

Egy szerves anyag klórtartalmának meghatározása során az alábbi eredményeket mértük (a klórtartalom m/m%-ban): 12,62; 12,57; 12,69, 12,00, 12,79, 12,53. Vizsgáljuk meg, elhagyjuk-e a 12,00 értéket?

Megoldás: feladat megoldásához ki kell számítani a mérési eredmények középértékét ($\bar{m}$), az eredmények szórását (s).

A középérték ($\bar{m}$): 12,518

A szórás (SD): 0,275

$$N = \frac{12,00 - 12,518}{0,275} = -1,88$$

A táblázatban $n=6$ mérési eredményhez $N(95)=1,656$ és $N(99)=1,872$ tartozik. Tekintettel arra, hogy példánkban a szóráshoz viszonyított eltérés abszolút értéke (1,88) mindkettőnél nagyobb, a vizsgált mérési eredmény kiugróan hibás és elhagyható. A kiugróan hibás érték elhagyása után számított új középérték 12,62; és a szórás 0,13.

6.2.2. Két mérési sorozat eredményeinek összehasonlítása t-próbával

Ha két mérési sorozat (A és B) középértéke között eltérés van, t-próbával döntjük el, hogy az eltérés szignifikáns-e. Ha azonos mintát vizsgáltunk különböző analitikai módszerekkel, eldönthetjük, a vizsgáló módszerek rendszeres hibája között volt-e eltérés. Hasonló módon, egy eljárást referencia módszerrel hasonlítunk össze a rendszeres hiba megállapítása céljából. Ha az eljárás ugyanaz volt (azonos minta, azonos módszer, azonos műszer, azonos személy), és szignifikáns eltérést tapasztalunk, akkor a vizsgált minta összetételében lehetett a különbség. Ez utóbbi esetre példa, ha a minták homogenitását akarjuk megvizsgálni. Több helyről vett minták összetétele azonos-e.

A t-próbához szükséges adatok: a középértékek ($\bar{m}_A; \bar{m}_B$), a szórások (SD_A, SD_B), és a párhuzamos mérések száma (n_A, n_B). A t-próba alkalmazásának feltétele, hogy a mérési eredmények normális eloszlásúak legyenek, és az A és B sorozat szórásának eltérése ne legyen szignifikáns. Az utóbbiról az F-próbával győződhetünk meg.

Kiszámítjuk a két mérési sorozat SD_{AB} súlyozott átlagszórását a következő összefüggés szerint:

$$SD_{AB} = \sqrt{\frac{(n_A - 1)SD_A^2 + (n_B - 1)SD_B^2}{n_A + n_B - 2}}$$

A következőkben megvizsgáljuk a két középérték eltérésének t-eloszlását:

$$t_{AB} = \frac{\left| \bar{m}_A - \bar{m}_B \right|}{\sqrt{\frac{SD_{AB}^2}{n_A} + \frac{SD_{AB}^2}{n_B}}} = \left| \frac{\bar{m}_A - \bar{m}_B}{SD_{AB}} \right| * \sqrt{\frac{n_A * n_B}{n_A + n_B}}$$

Ha t_{AB} kisebb, mint az $(n_A + n_B - 2)$ szabadsági fokhoz tartozó kritikus $t(95)$ érték, akkor a két mérőssorozat között szignifikáns eltérés nincs, az eredmények egyesíthetők. Ha $t_{AB} > t(95)$, akkor eltérés van. Célszerű a mérőssorozatokat megismételni, és újra elvégezni a számításokat.

6.2.3. Két mérési sorozat eredményeinek összehasonlítása F-próbával

Az F próbával azt vizsgáljuk meg, hogy a mérési sorozatok szórásnégyzeteinek (amelyek F-eloszlásúak) hányadosa mennyiben tér el az 1-től. Amennyiben eltér, meghaladja-e a szabadságfokokhoz tartozó kritikus értéket. Az egyik mérési sorozat szórása s_A , a másiké s_B :

$$F_{AB} = \frac{SD_A^2}{SD_B^2} \quad (SD_A > SD_B)$$

Ha $F_{AB} < F(95)$, SD_A gyakorlatilag nem különbözik az SD_B -től, ha $F_{AB} > F(95)$ vagy $F(99)$, akkor szignifikáns eltérés van a két szórástérték között. A különböző szabadságfokokhoz tartozó $F(95)$ és $F(99)$ értékeket táblázatok tartalmazzák. A szabadsági fokok: $f_A = n_A - 1$; $f_B = n_B - 1$.



9. ábra. Atomabszorpciós spektrométer

Példa a mérési sorozatok eredményeinek egyesíthetőségének eldöntésére

Egy kőzet réztartalmát kétféle módszerrel határoztuk meg. Az egyik atomabszorpciós módszer volt (A módszer), a másik pedig polarográfiás módszer (B módszer). Végezzük el t - és F -próba számításait annak eldöntésére, hogy a két mérési sorozat eredményei egyesíthetők-e! A számításokhoz szükséges adatokat az alábbi táblázatban foglaltuk össze:

Sorszám	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
A módszer, Cu- tartalom, m/m%	4,76	4,92	4,77	4,67	4,85	4,68	4,69
B módszer, Cu- tartalom, m/m%	4,54	4,28	4,26	4,46	4,33	4,60	–

Megoldás:

A két mérési sorozat középértékei: $\overline{m}_A = 4,76$ $\overline{m}_B = 4,41$

A két mérési sorozat szórás értékei: $SD_A = 0,094$ $SD_B = 0,142$

A mérések száma: $n_A = 7$ $n_B = 6$

A szabadsági fokok száma: $f_A = 7 - 1 = 6$ $f_B = 6 - 1 = 5$

Vizsgáljuk meg, hogy a szórás négyzetek hányadosa mennyiben tér el az 1-től és táblázatokban megadott értékektől (F-próba):

$$F_{AB} = \frac{SD_B^2}{SD_A^2} = \frac{0,142^2}{0,094^2} = 2,26$$

A szabadsági fokokhoz tartozó $F(95) = 4,39$, az $F(99) = 8,75$. Az általunk számított példában $F_{AB} = 2,29$, ami azt jelenti, hogy nincs az A és B sorozat mérési eredményeinek szórásnégyzete között szignifikáns különbség, tehát alkalmazhatjuk a t-próbát.

Végezzük el a t-próba számításait:

A súlyozott szórás:

$$SD_{AB} = \sqrt{\frac{(7-1)0,094^2 + (6-1)0,142^2}{7+6-2}} = 0,118$$

A következőkben számítsuk ki a két középérték eltérésének t-eloszlását, a t_{AB} :

$$t_{AB} = \left| \frac{4,76 - 4,41}{0,118} \right| * \sqrt{\frac{7 * 6}{7 + 6}} = 5,32$$

A $(7+6-2) = 11$ szabadsági fokhoz tartozó $t(95) = 2,201$, és a $t(99) = 3,106$. Az általunk számított t_{AB} mindkettőnél nagyobb, tehát szignifikáns eltérés van a két mérési sorozat között. Nem egyesíthető a két eredmény sor, meg kell ismételni a vizsgálatot.

6.3. REGRESSZIÓS ANALÍZIS

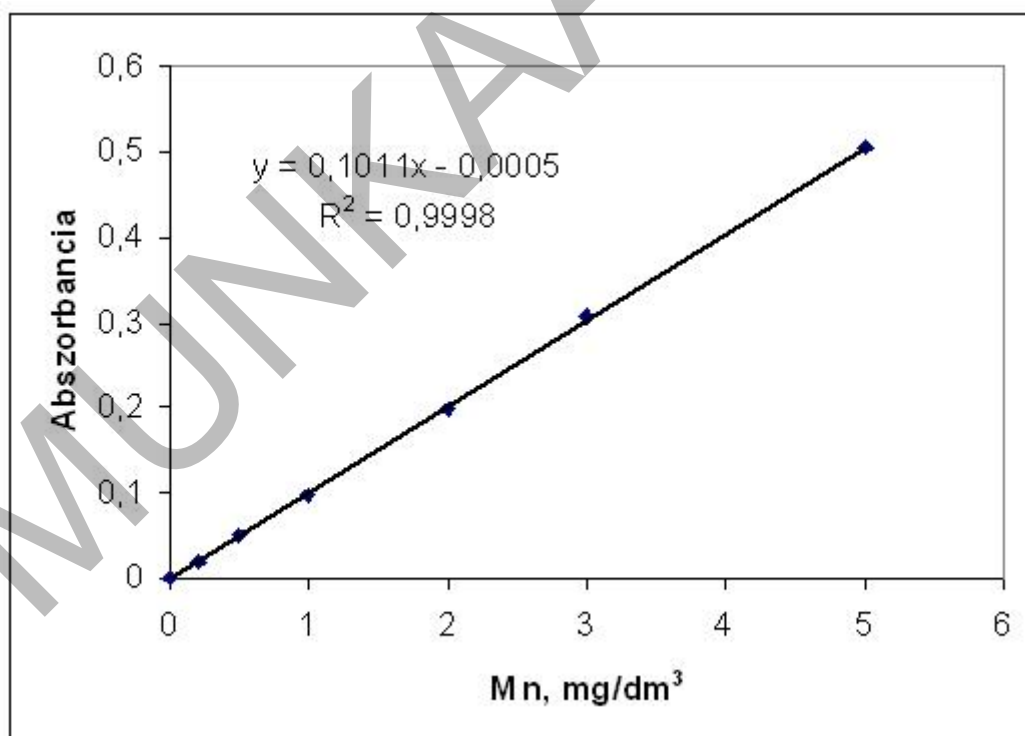
A regressziós analízis célja, hogy bizonyos független és függő változók közötti összefüggéshez megkeressük a legmegfelelőbb függvénykapcsolatot, vagyis az azt leíró matematikai egyenletet. A műszaki gyakorlatban, ezen belül is az analitikai kémiai laboratóriumokban ennek példája, amikor a mérési eredmények értékeléséhez elkészítjük az analitikai (kalibráló) mérőgörbe egyenletét. Ekkor az egyik változót, az oldatok koncentrációját változtatjuk (független változó), és mérjük az alkotó koncentrációjával arányos jelet (függő változó).

6.3.1. Analitikai mérőgörbe készítése és alkalmazása

A folyamatirányító és kiértékelő szoftverrel működő mérőműszerek alkalmasak arra, hogy a programnak megfelelően végezzék el az analitikai mérőgörbe készítését, a szükséges oldatok hígításától kezdve egészen a független (jel) és függő változó (x, pl. koncentráció, vagy anyagmennyiség) közötti függvénykapcsolat kiszámításáig, és alkalmazzák azt az eredmények kiszámításához. A szoftverek rendszerint többféle algoritmust ajánlanak fel a függvénykapcsolat megállapításához, kezdve az egyszerű lineáris összefüggéstől egészen különböző polinomok illesztéséig, számos lehetőség kínálkozik. Azt, hogy melyiket alkalmazzuk, nagymértékben függ az analitikai módszertől.

A legegyszerűbb esetben, ha csak két változó van, azok között lineáris kapcsolat áll fenn, és az egyikhez (amelynek a szórása elhanyagolható) tartozó másik változót kísérleti úton határozzuk meg (melynek szórása normális eloszlású), a keresett kétváltozós függvény legjobb értékei azok lesznek, amelyek esetén az eltérések négyzetösszegének minimuma van. Ezen az elven alapul a legkisebb négyzetek módszere.

Ismert koncentrációjú ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_i$) oldatsorozatot készítünk (ajánlott 5–7 pont), mérjük az alkotó koncentrációjával arányos jelet ($y_1, y_2, y_3, \dots, y_i$). Az y_i és x_i adat párokra a legkisebb négyzetek módszerével illesztett egyenes egyenlete $y=ax+b$, ahol az a az egyenes meredeksége, b pedig a tengelymetszete (10. ábra).



10. ábra. Mangán analitikai mérőgörbéje (Mangán meghatározása atomabszorpciós módszerrel)

A számított a és b értékekkel leírható lineáris egyenlet szórását (a közelítési hiba szórását) a következőképpen számítjuk ki:

$$SD_{reg} = \sqrt{\frac{\sum(dy_i)^2}{n-2}}$$

Ahol $dy_i = y_i - Y_i$, az egyes mérési eredmények eltérése az egyenlettel számított Y_i értékektől. A szabadságfokok $n-2$, n az analitikai mérőgörbe pontjainak a száma (hány oldatot készítettünk). A határozottsági fok a függvény jóságát adja meg:

$$H = \frac{SD_Y^2}{SD_y^2} \quad (0 < H < 1)$$

Az analitikai mérőgörbe egyenlete segítségével számítjuk ki az ismeretlen minta meghatározandó alkotójának a koncentrációját:

$$x' = \frac{y' - b}{a}$$

ahol y' az ismeretlen mintára mért jel, x' az alkotó koncentrációja a mintában.

Egy mérés esetén a szórás a következőképpen adható meg:

$$SD_{x'} = \frac{SD_{reg}}{a} \sqrt{1 + \frac{1}{n} + \frac{(x' - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

k számú párhuzamos mérés esetén:

$$SD_{x'} = \frac{SD_{reg}}{a} \sqrt{\frac{1}{k} + \frac{1}{n} + \frac{(x' - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

Az eredmény megadása megbízhatósági intervallummal:

$\bar{x}' \pm t * SD_{x'}$, ahol t a Student tényező, a valószínűségi szintnek és a szabadsági foknak ($n-2$) megfelelően.

Példa az analitikai mérőgörbe egyenletének meghatározására

B1 vitamin nagynyomású folyadékkromatográfiás módszerrel történő meghatározásakor az analitikai mérőgörbére a következő adatok állnak rendelkezésünkre:

B1 vitamin koncentrációja, g/dm ³	0,2	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0
--	-----	-----	-----	-----	-----	-----

A görbe alatti terület (T), mm ²	0,7	4,5	7,4	16,8	22,8	33,0
---	-----	-----	-----	------	------	------

Az ismeretlen koncentrációjú mintára három párhuzamos mérés történt, a mért terület rendre a következő: 30,1; 30,3; 30,0 mm².

- Számítsa az analitikai mérőgörbe egyenletét és határozottsági fokát (regresszóját)!
- A minta B1 vitamin koncentrációját g/dm³-ban!
- Adja meg az eredményt a megbízhatósági intervallummal (a t értéke 6-2=4 szabadsági foknál, és 95%-os valószínűségi szintnél 2,776)!

Megoldás:

Az analitikai mérőgörbe egyenlete: $T(\text{terület}) = 4,03c - 0,071$

Határozottsági fok: $H = 0,9972$

A minta B1 vitamin koncentrációja: $\bar{x}' = \frac{30,1 + 0,071}{4,03} = 7,49 \text{ g/dm}^3$

Az analitikai mérőgörbe egyenletének szórása:

$$SD_{reg} = \sqrt{\frac{\sum (dy_i)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{\sum y_i^2 - b \sum y_i - a \sum x_i * y_i}{n-2}} = \sqrt{\frac{1957,5 + 0,071 * 85 - 4,03 * 486,2}{6-2}} = 1,025$$

A mintára számított koncentráció szórása:

$$SD_{x'} = \frac{1,025}{4,03} \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{6} + \frac{(7,49 - 3,55)^2}{60,25}} = 0,22$$

Az eredmény a megbízhatósági intervallummal: $7,49 \pm 2,776 * 0,22 = 7,5 \pm 0,6 \text{ g/dm}^3$

6.3.2. A kimutatási határ és meghatározási határ⁶

Az analitikai mérőgörbe segítségével meghatározhatjuk a módszerre jellemző **kimutatási határt és a meghatározási határt**.

Egy alkotó **kimutatási határa** (c_k , LoQ, Limit of Detection) az a koncentráció, amelyhez tartozó válaszjel (y_k) értéke megegyezik a vakminta közepes válaszjelének ($\bar{J}_{vak}$) és a vakminta válaszjeléhez tartozó tapasztalati szórás (SD_{vak}) háromszorosának összegével.

⁶ Záray Gyula (szerkesztő): Az elemanalitika korszerű módszerei, Akadémiai Kiadó, Budapest, 2006.

$$J_k = \bar{J}_{vak} + 3SD_{vak}$$

Az analitikai mérőgörbe egyenletének ismeretében kiszámítható a kimutatási határ az alábbi összefüggés segítségével

$$c_k = \frac{J_k - b}{a}$$

A gyakorlatban gyakran több, különböző koncentrációjú minta elemzésével határozzák meg a kimutatási határt.

Az analitikai módszer validálásakor jellemző paraméter egy alkotó **meghatározási határa** (c_m , LoQ, Limit of Quantification = a mennyiségi mérés alsó méréshatára) az a legkisebb koncentráció vagy anyagmennyiség, amely még elfogadható pontossággal és precizitással határozható meg. A meghatározási határ megfelelő standard minta segítségével határozható meg. Általában az analitikai mérőgörbe legalsó értékelhető pontja. Extrapolációval történő meghatározása nem fogadható el. Értékének megadásakor ugyanazokat az összefüggéseket használjuk fel, mint a kimutatási határ számításainál, azonban a vakminta válaszeléréséhez tartozó tapasztalati szórás tízszeresével kell számolni.

Példa a kimutatási határ kiszámítására

A B1 vitamin nagynyomású folyadékkromatográfiás módszerrel történő meghatározásánál már megadott adatok segítségével (ld. előző példa) határozzuk meg, mekkora a kimutatási határ és a mennyiségi meghatározás határa! Erre a célra kilenc független oldatot készítettünk, amelyek nem tartalmazzák a B1 vitamint, csak a meghatározáshoz szükséges reagenseket. Az analitikai mérőgörbe egyenletének segítségével meghatároztuk a mért jel értékekhez tartozó B1 vitamin koncentrációkat (g/dm^3 egységekben), melyek a következők: 0,121; 0,103; 0,109; 0,113; 0,114; 0,108; 0,117; 0,110; 0,107.

Megoldás:

A mérési eredmények középértéke: 0,111

A mérési eredmények szórása: $0,0056 \approx 0,006$

A kimutatási határ: $c_k = 0,111 + 3 \cdot 0,006 = 0,129 \text{ g/dm}^3$

A meghatározási határ: $c_m = 0,111 + 10 \cdot 0,006 = 0,171 \text{ g/dm}^3$

7. AZ ANALITIKAI LABORATÓRIUMOK MINŐSÉGBIZTOSÍTÁSA

Az analitikai kémiai adatokat szolgáltató laboratóriumok felé elvárás, hogy megbízható, megfelelő minőségű, továbbá más laboratóriumok, nemzetközi szervezetek eredményeivel összevethető teljesítményt nyújtsanak. Ehhez a laboratórium szervezetét, műszaki hátterét, személyzetét és a működtetését nemzetközi tapasztalatok alapján kidolgozott szempontoknak megfelelően alakítjuk ki. Kidolgozzuk, dokumentáljuk és működtetjük a laboratórium minőségügyi rendszerét. Továbbá az is elvárás, hogy a laboratórium munkáját egy független szervezet minősítse, ellenőrizze, tanúsítsa.⁷

A vizsgáló és kalibráló laboratóriumok minőségügyi rendszeréről az **MSZ EN ISO/IEC 17025:2001** szabvány: **"Vizsgáló és kalibráló laboratóriumok felkészültségének általános követelményei"** rendelkezik. A szabvány követelményeinek megfelelő laboratóriumok, az un. akkreditáló szervezetektől kérhetik egy megadott tevékenységi területre az akkreditálásukat, azaz annak hivatalos elismerését, hogy a laboratórium felkészült, meghatározott vizsgálatok elvégzésére. Magyarországon a Nemzeti Akkreditáló Testület (NAT) jogosult a laboratóriumok akkreditálására, de nemzetközi szervezetek is végezhetik ezt a tevékenységet.

Az MSZ EN ISO/IEC 17025:2001 szabvány előírásainak, az akkreditálás lépéseinek, az értékelés szempontjainak ismeretében, megérthetjük **a laboratóriumok minőségügyi rendszerére vonatkozó elvárásokat, feladatokat.**

(1) Laboratórium egy hosszabb időszak alatt felkészül, és gyakorlatot szerez, egy adott, jól körülhatárolt vizsgálat csoport végzésére (műszaki feltételek, laboratóriumok, eszközök, anyagok, standardok, műszerek, személyzet, vizsgálati módszerek, mintavételi módszerek, helyszíni vizsgálatok stb.).

(2) Az MSZ EN ISO/IEC 17025:2001 szabvány, és a NAT útmutatása szerint kialakítja a laboratórium minőségügyi rendszerét.

(3) A minőségügyi rendszert az MSZ EN ISO/IEC 17025:2001 szabványnak megfelelő módon Minőségügyi kézikönyvben (MK) dokumentálja. A MK-ben a szabványban szereplő összes kérdéskörben rögzítésre kerül a laboratórium eljárása.

(4) A minőségügyi kézikönyv eljárásait a laboratórium bevezeti, a személyzetnek betanítja, alkalmazza, szükség esetén módosítja. A minőségügyi rendszer legalább féléves működését követően lehet kezdeményezni az akkreditálási eljárást.

(5) A laboratórium az akkreditálási kérelmet írásban nyújtja be a NAT-hoz. Megadja az eljáráshoz szükséges adatokat, információkat, befizeti a díjakat.

(6) A laboratórium benyújtja a NAT-hoz a Minőségügyi Kézikönyvet és annak mellékleteit.

⁷ <http://aak.bme.hu/Oktatas/Minosegbiztositas-BL.doc> (2010. július 1.)

(7) A NAT kijelöli a minősítési eljárás szakértőit (minőségügyi, szakmai).

(8) A szakértők írásban részletesen értékelik a kézikönyv megfelelőségét (formai és tartalmi szempontok szerint), az eseteleges nem-megfelelőségeket jelzik.

(9) A laboratórium kijavítja a kifogásolt részeket, és a javított MK-t ismételtén benyújtja.

(10) A kézikönyv elfogadását követően a NAT helyszíni szemlén ellenőrzi a laboratóriumot, és annak tevékenységét, a tapasztalatokról a szakértők jelentést készítenek. A tapasztalt nem-megfelelőségeket egyenként rögzítik, és javítási intézkedést kérnek.

(11) Az akkreditálási eljárás anyagait a NAT megfelelő Szakmai Akkreditációs Bizottsága (SZAB) értékeli, és javaslatot tesz az akkreditált státusz odaítélésére vagy annak elutasítására.

(12) Pozitív döntés esetén a NAT megadja a laboratóriumnak az Akkreditált laboratórium No##### címet, amit fejléces papírján, jegyzőkönyvein szerepeltethet. Az akkreditált státusz 3 évig érvényes, ha a laboratórium az évenkénti felülvizsgálatok alkalmával is megfelelő. Három év után új eljárást kell kérni. Ha a laboratórium tevékenysége nem megfelelő, az akkreditált címet felfüggeszthetik, vagy megvonhatják.

A minőségügyi kézikönyvnek (MK) vannak formai követelményei is. A MK-t cserélhető lapos formában kell elkészíteni, egyértelműen azonosított lapokkal, hogy a kézikönyvben a változásokat követni lehessen. Minden lapot, beleértve a mellékelteket is fejléccel kell ellátni.

Minőségügyi Kézikönyv "A laboratórium neve" (emblémája)	Fejezet: 1.
	Oldal: 1/9
	Kiadás: 1.
#.A fejezet címe	A kiadás dátuma: 2010. július 4.
	Jóváhagyta: aláírás

Elvart (és célszerű), hogy a minőségügyi kézikönyv felépítésében kövesse a szabványt és abban a szabvány minden pontja szerepeljen. Az alábbiakban bemutatunk egy jellemző minőségügyi kézikönyv tartalomjegyzékét, megadva az **MSZ EN ISO/IEC 17025:2001** szabvány vonatkozó fejezetét is.

Minőségirányítási kézikönyv tartalomjegyzéke (MSZ EN ISO/IEC 17025:2001 szerint elkészítve) a következő:

MK fejezet		MSZ EN ISO/IEC 17025: 2001
---------------	--	-------------------------------------

1.	A "XXXX cég" és a " YYYYYY" laboratórium" tevékenysége	
2.	Minőségpolitikai nyilatkozat	
3.	Az akkreditálás műszaki területe	
4.	Irányítási követelmények: szervezet	4.1.
5.	Irányítási követelmények: minőségirányítási rendszer	4.2.
6.	Irányítási követelmények: a dokumentumok kezelése	4.3.
7.	Irányítási követelmények: az ajánlatkérések, az ajánlatok és szerződések átvizsgálása	4.4.
8.	Irányítási követelmények: a vizsgálatok és kalibrálások kiadása alvállalkozásba	4.5.
9.	Irányítási követelmények: a szolgáltatások és szállítások megrendelése	4.6.
10.	Irányítási követelmények: szolgáltatás az ügyfél számára	4.7.
11.	Irányítási követelmények: panaszok	4.8.
12.	Irányítási követelmények: a nem megfelelő vizsgálatok és/vagy kalibrálási munka ellenőrzése	4.9.
13.	Irányítási követelmények: helyesbítő tevékenység	4.10.
14.	Irányítási követelmények: megelőző tevékenység	4.11.
15.	Irányítási követelmények: a feljegyzések kezelése	4.12
16.	Irányítási követelmények: belső auditok és vezetőségi átvizsgálások	4.13. 4.14.
17.	Műszaki követelmények: általános intézkedések	5.1.
18.	Műszaki követelmények: személyzet	5.2.
19.	Műszaki követelmények: elhelyezési és környezeti feltételek	5.3.
20.	Műszaki követelmények: vizsgálati és kalibrálási módszerek és a módszerek érvényesítése	5.4.
21.	Műszaki követelmények: berendezés	5.5.
22.	Műszaki követelmények: a mérés visszavezethetősége	5.6.

22.1.	Általános intézkedés	
22.2.	Konkrét követelmények	
22.2.1	Vizsgálat	
22.3.	Referenciaetalonok és anyagminták	
22.3.1	Referencia etalonok	
22.3.2	Anyagminták	
22.3.3	Közbenső ellenőrzések	
22.3.4	Anyagmozgatás és tárolás	
23.	Műszaki követelmények: mintavétel	5.7.
24.	Műszaki követelmények: A vizsgálati és kalibrálási tárgyak kezelése	5.8.
25.	Műszaki követelmények: A vizsgálati és kalibrálási eredmények minőségének biztosítása	5.9.
26.	Műszaki követelmények: Az eredmények közzlése	5.10.
26.1.	Általános feltételek	
26.2.	Vizsgálati jegyzőkönyvek és kalibrálási bizonylatok	
26.3.	Vizsgálati jegyzőkönyvek	
26.4.	Kalibrálási bizonyítványok	
26.5.	Vélemények értelmezések	
26.6.	Alvállalkozótól kapott vizsgálati eredmények	
26.7.	Az eredmények elektronikus átvitele	
26.8.	A jegyzőkönyvek és bizonyítványok alaki követelményei	
26.9	Vizsgálati jegyzőkönyvek és kalibrálási bizonyítványok módosításai	
	Mellékletek	

Összefoglalás:

Az analitikai kémiai mérésekkel foglalkozó laboratórium tevékenységének főbb alapelvei, melyek szerint a megbízó teljes körű kiszolgálása lehetséges:

- 1. Az analitikai méréseknek meg kell felelni az előzetes követelményeknek. A rutinelemzéseknél rendszerint nem okoz gondot a kérdés megfogalmazása, melynek megoldására az analitikai mérés irányul. A kutatás-fejlesztés során azonban a probléma meghatározása a projekt megfogalmazásának részét képezi. A mérési programnak rögzítenie kell, hogyan történik meg az eredmények megadása, és az eredmények csak megfelelő összefüggésben értelmezhetők*
- 2. Az analitikai mérések csak olyan módszerekkel és eszközökkel végezhetők, melyeknek az adott célra való alkalmasságát előzetesen meggyőződünk.*
- 3. Az analitikusnak megfelelő képesítéssel és tudással kell rendelkeznie a feladat elvégzéséhez. Előfordul, hogy az analitikus nem rendelkezik előzetes tapasztalatokkal a feladat megoldásához, de mindenképpen tisztában kell lennie az elemzésre vonatkozó alapelvekkel*
- 4. A laboratórium szakmai teljesítményét időközönként független szakértőknek ellenőriznie kell. A laboratórium belső minőségellenőrzése a ott végzett mérések megbízhatóságát jelzi. A független értékelés és a szakértői vizsgálatokban való részvétel révén vagy referencia anyagok mérése arról tájékoztat, hogy a laboratórium teljesítménye hogyan viszonyul más laboratóriumokhoz*
- 5. Adott helyen elvégzett analitikai vizsgálatoknak összhangban kell lennie a más laboratóriumban végzett mérésekkel. A referencia anyagok használata és a mérési bizonytalanság meghatározása a más laboratóriumokban elvégzett hasonló mérésekkel való összehasonlíthatóságot célozza*
- 6. Az analitikai méréseket végző laboratóriumoknak pontosan meghatározott minőségellenőrzési és minőségbiztosítási eljárásokkal kell rendelkezniük. A mérések minőségbiztosítását célzó intézkedéseknek illeszkedniük kell a laboratórium minőségügyi rendszerébe az áttekinthető és következetes munka érdekében*

TANULÁSIRÁNYÍTÓ

1. Az interneten kereső programok segítségével gyűjtsön információkat a minőségbiztosítás, minőség-ellenőrzés kulcsszavakra. Szűkítse a keresést a gyakorlati munkájára vonatkozó kifejezésekkel!
2. Gyakorlati helyén, saját kísérleti eredményei segítségével végezze el az adott analitikai módszer teljesítményjellemzőinek meghatározását a Záray Gyula (szerkesztő): Az elemanalitika korszerű módszerei (Akadémiai Kiadó, Budapest, 2006.) c. könyv 603–622. oldalain bemutatott módon.

3. A munkahelyén a gyakorlati munkájához kapcsolódóan alkalmazza a bemutatott számítási feladatokat saját eredményeire!

4. Tanulmányozza az MSZ EN ISO/IEC 17025:2001 szabványt, továbbá a NAT útmutatóit a <http://www.nat.hu> honlapon!

MUNKANYELV

ÖNELLENŐRZŐ FELADATOK

1. feladat

Foglalja össze, milyen kérdésekre kell válaszolni a kémiai összetétel becslésekor?

2. feladat

Adja meg, mit jelent a kémiai mérések biztosítása?

3. feladat

Ismertesse, mit jelent az analitikai mérések minőségellenőrzése?

4. feladat

Sorolja fel az analitikai módszerek teljesítményjellemzőit!

5. feladat

Ismertesse, milyen fontos lépésekből áll a vizsgálati program?

6. feladat

Foglalja össze, hogy mi a véletlen hiba?

7. feladat

Ismertesse a rendszeres hiba fogalmát, és nevezze meg a forrásait!

8. feladat

Egy kőzetminta réztartalmának meghatározására a következő eredményeket mértük Cu m/m%-ban: 10,36; 10,42; 10,28; 10,30, 10,33; 10,35; 10,37. Számítsa ki az eredmények középértékét, a becsült tapasztalati szórását (standard deviációt, SD), a relatív szórást (RSD%), a középérték szórását, annak %-os értékét, továbbá a középértéket a megbízhatósági intervallummal adja meg!

9. feladat

Egy vegyszerminta magnézium-tartalmának meghatározásakor a következő eredményeket kapta Mg m/m%-ban: 60,22; 60,25; 60,20; 59,87; 60,24; 60,20. Vizsgálja meg, melyik eredmény hagyható ki az eredmény megadásakor?

10. feladat

Egy vízminta kloridion-tartalmát kétféle módszerrel határozta meg. Az egyik spektrofotometriás módszer volt (A módszer), a másik pedig potenciometriás módszer (B módszer). Végezze el t- és F-próba számításait annak eldöntésére, hogy a két mérési sorozat eredményei egyesíthetők-e! A számításokhoz szükséges adatokat az alábbi táblázat tartalmazza:

Sorszám	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.
A módszer, kloridion- tartalom, mg/dm ³	40,2	40,7	40,9	40,1	41,0	40,3	–
B módszer, kloridion- tartalom, mg/dm ³	40,7	39,7	40,4	40,8	40,1	40,9	40,7

11. feladat

A mangán-tartalom atomabszorpciós módszerrel történő meghatározásakor az analitikai mérőgörbére a következő adatok állnak rendelkezésre:

Mn, mg/dm ³	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0
Abszorbancia	0,025	0,049	0,114	0,152	0,262

Az ismeretlen koncentrációjú mintára három párhuzamos mérés történt, a mért abszorbancia értékek rendre a következők: 0,122, 0,127, 0,125.

- Számítsa az analitikai mérőgörbe egyenletét és határozottsági fokát (regresszóját)!
- Számítsa ki a minta mangán koncentrációját mg/dm³-ban!
- Adja meg az eredményt a megbízhatósági intervallummal (a t értéke 5-2=3 szabadsági foknál, és 95%-os valószínűségi szintnél 2,776)!

12. feladat

Nevezze meg, melyik szabvány rendelkezik a vizsgáló és kalibráló laboratóriumok minőségügyi rendszeréről?

13. feladat

Nevezze meg azt a szervezetet, amely Magyarországon jogosult a laboratóriumok akkreditálására!

MEGOLDÁSOK

1. feladat

- Milyen vegyületeket, molekulákat tartalmaz a minta → **minőségi analízis**?
- Mennyi az alkotók koncentrációja → **menyiségi analízis**?
- Milyen az alkotók **térbeli elhelyezkedése**?
- Milyen információval rendelkeznek a **megfigyelési rendszerek** (monitoring)?
- Milyen **módosulat** formájában van az alkotó?

2. feladat

Az analízis a mintavételtől az eredmény megadásáig tart. Az analitikai mérések minőségbiztosítása (Quality Assurance, QA) mindazon tervezett és rendszeres tevékenységek összessége, amelyek azt hivatottak biztosítani, hogy az analízis megfeleljen az adott minőségi követelményeknek, pl. kalibrálás, műszerek karbantartása, ellenőrzés, felülvizsgálat.

3. feladat

A minőség-ellenőrzés (Quality Control, QC) azoknak a működési eljárásoknak és tevékenységeknek az összessége, amelyeket a minőségi követelmények teljesítése céljából alkalmazunk, pl. ellenőrzőkártyák, vak meghatározások, standard hozzáadásával készített minták, ismételt meghatározások, vakminták.

4. feladat

A mérési módszerek teljesítményjellemzői:

- Szelektivitás és specifitás (Selectivity & specificity)
- Tartomány (Range)
- Linearitás (Linearity)
- Érzékenység (Sensitivity)
- Kimutatási határ (Limit of Detection)
- Meghatározási határ (Limit of Quantitation)
- Zavartűrés (Ruggedness)
- Helyesség (Accuracy)
- Precizitás (Precision)

5. feladat

Cél (méréndő alkotók, a hely és mintaszám, a megfigyelés időtartama) → Mintavételi módszerek kiválasztása → Analitikai módszer és műszer kiválasztása → Hitelesítési, ellenőrzési módszerek → Adatgyűjtés, adatfeldolgozás → Az eredmények bemutatása → Következtetések intézkedések.

6. feladat

A véletlen hiba a mérési eredménynek (m) a várható értéktől (μ) való eltérésében mutatkozik meg: $m - \mu$. Előjele lehet pozitív és negatív egyaránt. A módszer precizitására jellemző, a kölcsönösen független megismételt vizsgálatok eredményei közötti egyezés mértéke, a tapasztalati szórással (SD) és annak relatív értékével ($RSD\%$) fejezzük ki.

A becsült tapasztalati szórás (SD):

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (m_i - \bar{m})^2}{n - 1}}$$

ahol $n-1$ a szabadsági fokok száma. A szabadsági fok a számításhoz rendelkezésre álló, egymástól független adatok száma.

A relatív szórás ($RSD\%$) a szórás értéke %-ban kifejezve:

$$RSD\% = \frac{SD}{\bar{m}} * 100$$

7. feladat

A rendszeres hiba (Δ) esetén a várható elemzési eredmény (μ) nem egyezik meg a valódi eredménnyel (μ_0): $\Delta = \mu - \mu_0$. A rendszeres hiba az eredmény helyességét mutatja, és mindig egy irányban hat (vagy pozitív, vagy negatív). A rendszeres hiba forrásának néhány lehetséges esete:

- az analitikai módszer,
- a kalibráláshoz használt minta,
- mintavétel hibája,
- a minta bemérése,
- az eljárás műveleti lépései,
- mérés,
- az analitikai mérőgörbe,
- a kiértékelő módszer hibája,
- külső körülmény, időtől függő tényezők.

8. feladat

A mérések száma , $n=7$. A szabadsági fokok száma: $7-1=6$.

A mérési eredmények középértéke: $\bar{m}=10,34m/m\%$

A becsült tapasztalati szórás (SD): 0,05

A mérési eredmény a megbízhatósági intervallummal ($n=7$; $t(99\text{-os valószínűségi szint})=1,983$): $10,34\pm 0,04$

A relatív szórás ($RSD\%$)=0,5%

A középérték szórása: 0,02

A középérték szórásának relatív értéke: 0,2%.

9. feladat

A középérték ($\bar{m}$): 60,16

A szórás (SD): 0,15

$$N = \frac{59,87 - 60,16}{0,15} = -2,2$$

A táblázatban $n=6$ mérési eredményhez $N(95)=1,656$ és $N(99)=1,872$ tartozik. Tekintettel arra, hogy példánkban a szóráshoz viszonyított eltérés abszolút értéke (2,2) mindkettőnél nagyobb, a vizsgált mérési eredmény kiugróan hibás és elhagyható. A kiugróan hibás érték elhagyása után számított új középérték 60,22; és a szórás 0,0,02.

10. feladat

A két mérési sorozat középértékei: $\bar{m}_A = 40,53$ $\bar{m}_B = 40,43$

A két mérési sorozat szórás értékei: $SD_A = 0,38$ $SD_B = 0,46$

A mérések száma: $n_A = 6$ $n_B = 7$

A szabadsági fokok száma: $f_A = 6-1=5$ $f_B = 7-1=6$

Vizsgáljuk meg, hogy a szórás négyzetek hányadosa mennyiben tér el az 1-től és táblázatokban megadott értékektől (F-próba):

$$F_{AB} = \frac{SD_B^2}{SD_A^2} = \frac{0,46^2}{0,38^2} = 1,50$$

A szabadsági fokokhoz tartozó $F(95)=4,39$, az $F(99)=8,75$. Az általunk számított példában $F_{AB}=2,29$, ami azt jelenti, hogy nincs az A és B sorozat mérési eredményeinek szórásnégyzete között szignifikáns különbség, tehát alkalmazhatjuk a t-próbát.

Végezzük el a t-próba számításait:

A súlyozott szórás:

$$SD_{AB} = \sqrt{\frac{(6-1)0,038^2 + (7-1)0,46^2}{6+7-2}} = 0,426$$

A következőkben számítsuk ki a két középérték eltéréseinek t-eloszlását, a t_{AB} :

$$t_{AB} = \left| \frac{40,53 - 40,43}{0,426} \right| * \sqrt{\frac{6 * 7}{6 + 7}} = 0,422$$

A $(6+7-2)=11$ szabadsági fokokhoz tartozó $t(95)=2,201$, és a $t(99)=3,106$. Az általunk számított t_{AB} mindkettőnél kisebb, tehát nincs szignifikáns eltérés van a két mérési sorozat között, egyesíthető a két eredmény sor.

11. feladat

Az analitikai mérőgörbe egyenlete: Abszorbancia= $0,0524c-0,00009$

Határozottsági fok: $H=0,9974$

A minta Mn koncentrációja: $2,39\text{mg}/\text{dm}^3$

Az analitikai mérőgörbe egyenletének szórása:

$$SD_{reg} = \sqrt{\frac{\sum (dy_i)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{\sum_1^n y_i^2 - b \sum_1^n y_i - a \sum_1^n x_i * y_i}{n-2}} = \sqrt{\frac{0,107766 + 0,00009 * 0,602 - 0,0524 * 0,555}{6-2}} = 0,0053$$

A mintára számított koncentráció szórása:

$$SD_{\bar{x}} = \frac{0,0053}{0,0524} \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{5} + \frac{(2,39 - 2,3)^2}{12,8}} = 0,0738$$

Az eredmény a megbízhatósági intervallummal: $2,39 \pm 2,776 * 0,0738 = 2,4 \pm 0,2 \text{mg}/\text{dm}^3$

12. feladat

MSZ EN ISO/IEC 17025:2001.

13.feladat

Nemzeti Akkreditáló Testület (NAT).

IRODALOMJEGYZÉK

FELHASZNÁLT IRODALOM

Görög Sándor: Gondolatok az analitikai kémia helyzetéről a nagyvilágban, Európában és hazánkban, <http://www.kfki.hu/chemonet/osztaly/diszcvit/magykl/.html> (2010. július 1.)

Horwitz, W.: Nomenclature for Sampling in Analytical Chemistry, (Recommendations 1990), (A mintavétel nevezéktana az analitikai kémiában, Ajánlások) IUPAC, Pure Appl. Chem. (1990) 62 (6) 1193–1208

<http://aak.bme.hu/Oktatas/Minosegbiztositas-BL.doc> (2010. július 1.)

http://sci.u-szeged.hu/inorg/Muszaki_analitikai_kemia (2010. július 1.)

Inczédy János: Folyamatos és automatikus analízis, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1984.

MSZ EN ISO/IEC 17025:2001. (Vizsgáló és kalibráló laboratóriumok felkészültségének általános követelményei)

Záray Gyula (szerkesztő): Az elemanalitika korszerű módszerei, Akadémiai Kiadó, Budapest, 2006.

AJÁNLOTT IRODALOM

<http://www.tankonyvtar.hu/kemia> (2010. július 1.)

<http://www.enfo.agt.bme.hu/drupal/sites> (2010. július 1.)

<http://horvathmark.atw.hu/3.pdf> (2010. július 1.)

A(z) 2068–06 modul 002–es szakmai tankönyvi tartalomeleme
felhasználható az alábbi szakképesítésekhez:

A szakképesítés OKJ azonosító száma:	A szakképesítés megnevezése
54 524 02 0001 54 04	Vegyipari minőségbiztosítási technikus

A szakmai tankönyvi tartalomelem feldolgozásához ajánlott óraszám:
20 óra

MUNKANYAG

MUNKANYAG

A kiadvány az Új Magyarország Fejlesztési Terv
TÁMOP 2.2.1 08/1–2008–0002 „A képzés minőségének és tartalmának
fejlesztése” keretében készült.

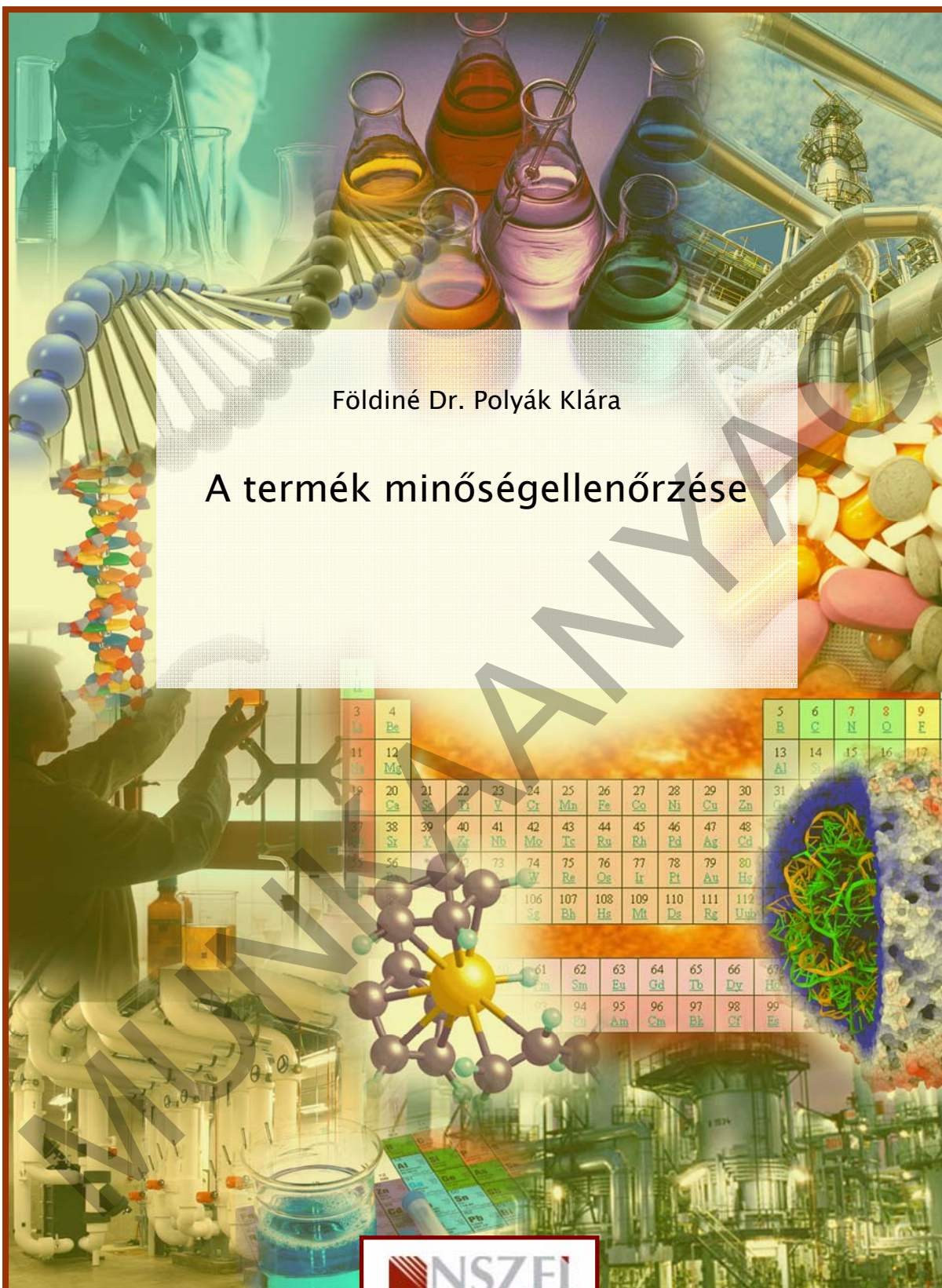
A projekt az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap
társfinanszírozásával valósul meg.

Kiadja a Nemzeti Szakképzési és Felnőttképzési Intézet
1085 Budapest, Baross u. 52.
Telefon: (1) 210–1065, Fax: (1) 210–1063

Felelős kiadó:
Nagy László főigazgató

Földiné Dr. Polyák Klára

A termék minőségellenőrzése



NSZFI
NEMZETI SZAKKÉPZÉSI
ÉS FELNŐTTKÉPZÉSI INTÉZET

A követelménymodul megnevezése:

Vegyipari minőségbiztosítási technikus feladatok

A követelménymodul száma: 2068-06 A tartalomazonosító száma és célcsoportja: SzT-003-50

A TERMÉK MINŐSÉGELLENŐRZÉSE

ESETFELVETÉS – MUNKAHELYZET

A **minőség fogalmának** definiálásával régóta igen sokan foglalkoztak. A minőségellenőrzéstől a minőségbiztosításhoz, majd a teljes körű minőségirányítás (Total Quality Management — TQM) kialakulásához vezető fejlődés során a minőségügy nemzetközi hírű szaktekintélyei a minőség fogalmára más és más meghatározásokat adtak attól függően, hogy ők mire helyezték a hangsúlyt¹.

Az ISO 9000:2000 szabványsorozat megjelenéséig a minőségügy kérdéskörébe tartozó alapvető fogalmakat az ISO 8402 szabvány tartalmazta. Az ISO 8402 szabvány szerint a „Minőség a termék vagy szolgáltatás azon jellemzőinek összessége, amelyek befolyásolják azok meghatározott és elvárt igényei kielégítésére vonatkozó képességét”. Ez a meghatározás a minőséget a „használatra való alkalmasság”, a „célnak való megfelelés” fogalmaként értelmezi.

Az ISO 9000 szabványsorozat a minőségügybe új terminológiát vezetett be. Ebben természetesen új a minőség fogalma is: „Minőség egy termék, rendszer vagy folyamat saját jellemzői együttesének az a képessége, hogy kielégítse a vevők és más érdekelt felek követelményeit.”

Megváltozott tehát a minőség objektuma. Az előző terminológia szerint a minőség termékre vagy szolgáltatásra irányult, az új szabvány szerint termékre, rendszerre vagy folyamatra vonatkozhat. A változás mind térben, mind időben kiterjeszti a minőség értelmezését.

Változás következett be az értelmezés tartalmában is. Eddig a hangsúly a használatra való alkalmasságon, a célnak való megfelelésen volt, most azon a képességen van, hogy kielégítse az érdekelt felek követelményeit. Erre az adott termék, rendszer vagy folyamat saját jellemzői teremthetik meg az alkalmasságot, vagy mutathatják ki az alkalmatlanságot. Fontos tudni, hogy a szabvány a minőség fogalmához jelző alkalmazását engedi meg, amellyel a minőség gyenge, jó vagy kiváló lehet.

¹ Turcsányi K.–Molnár M.. Minőség, minőségirányítás– új megközelítésben, Nemzetvédelmi Egyetemi közlemények, <http://193.224.76.4/dowland/konyvtar/digitgy/20222/vszt/turcsaniy.html> (2010–07–17).

SZAKMAI INFORMÁCIÓTARTALOM

A MINŐSÉG ELLENŐRZÉSE

A **minőségellenőrzés** valamely egység (termék, stb.) egy vagy több jellemzőjének mérése, szemrevételezése, vizsgálata és az eredmények összehasonlítása az előírt követelményekkel annak érdekében, hogy megállapítsák a megfelelőségét.

A **minőségellenőrzés célja** a termékek megfelelőségének vizsgálata. A termék megfelelősége az a tulajdonság, hogy a jellemzők mennyire felelnek meg a vonatkozó jogszabályok (nemzeti, szakmai, vállalati szabványok), szerződések, ellenőrzési utasítások, dokumentációk követelményeinek.

A **minőségellenőrzés** a 19. századtól kezdve egy **folyamatos fejlődésen** keresztül jutott el a minősbiztosításig, gyökerei visszavezethetők a tudományos munkaszervezési törekvések megjelenéséig.

A nagyipari komplexumok létrejöttével, amikor a művezetők felügyelete alatt dolgozók nagy csoportokban végezték a hasonló gyártási műveleteket, a munka minőségéért a művezető vállalta magára a felelősséget. Az 1920-as és 1930-as évek folyamán az ellenőrző (inspekciós) tevékenységek részletesebbekké váltak, elkülönültek a termelési folyamatoktól, és így a gyártás önmagában már nem volt többé felelős a termék minőségéért. Ebben az időszakban jelentek meg az önálló ellenőrök (Minőség Ellenőrző Osztály — MEO), akik függetlenek lévén a termeléstől, értékelni tudták az elvégzett munkát, és a hibás termékeket vagy alkatrészeket javításra vissza adták a gyártási folyamatnak.

A minőség-ellenőrzés hatékony megvalósításához szükséges

A minőségi előírások egyértelmű megfogalmazása

A reprezentatív mintavétel

Az alkalmas vizsgálati módszerek és eszközök biztosítása

Az adatok megfelelő dokumentálása, feldolgozása és értékelése, alkalmas személyi állomány és szervezet

1. A MINŐSÉGI ELŐÍRÁSOK EGYÉRTELMI MEGFOGALMAZÁSA

A minőségi követelmények meghatározásánál a végtermék minőségét kell figyelembe venni, mert a fogyasztók, vevők, továbbhasználók (pl. a következő technológiai lépésben) ezzel találkoznak, azonban a végtermék minőségét a termékpálya egyes lépcsői határozzák meg, kezdve a kiindulási és segédanyagoktól egészen a végtermékig. Megfelelő minőség csak akkor érhető el, ha minden egyes lépcsőről (a termelési folyamat inputjai – alapanyagok, segédanyagok – termékfeldolgozás, előállítás, tárolás – szállítás – kereskedelem) megfelelő információval rendelkezünk. A termelési lánc integrált szemléletmód, melynek lényege, hogy a versenyképesség javítása érdekében lehetővé teszi a termelési folyamat bármely pontjában az intézkedések, beavatkozások végrehajtását, ezáltal biztosítva a végtermék megfelelő minőségét.

A végellenőrzés kiterjed a termék minden olyan tulajdonságára, amely alapján a minőségre következtetni lehet. A végellenőrzés során vett mintából helyes következtetést kell levonni a gyártott termékmennyiség minőségére vonatkozóan. Erre az ellenőrzésre akkor kerül sor, ha a termék valamely gazdasági egység birtokából átkerül egy másik egység (pl. vevő) birtokába.

2. REPREZENTATÍV MINTAVÉTEL, ALKALMAS VIZSGÁLATI MÓDSZEREK ÉS ESZKÖZÖK

A kezdetek minőség ellenőrzési módszere volt a **minden darabos vizsgálat**, amely a huszadik század tömegessé váló ipari termelésének ütemét már nem tudta gazdaságosan követni, a gyakorlatban megvalósíthatatlanná vált.

A **mintavételes ellenőrzés** elve azon a felismerésen alapul, hogy a termék valamely tételéből reprezentatív mintát kivéve, és azt az előírásoknak megfelelően ellenőrizve, a vizsgálati eredményekből következtetéseket lehet levonni a termékek összességének minőségi mutatóira.

A **véletlenszerű mintavételezés**kor a gyártott darabok, tételek bizonyos részét (pl. 10%-át) vizsgálják meg. A tétel nagyságát általában tetszőlegesen határozzák meg. Ha túl sok darabot, tételt ellenőriznek – az költséges, ha túl keveset ellenőriznek, akkor hibás tétel kerülhet a következő munkaműveletbe, vagy a vevőhöz.

A **statisztikai mintavételes** ellenőrzés módszereit a matematikai statisztika alapjaira támaszkodva dolgozták ki, ezekre napjainkban már szabványok is rendelkezésre állnak, és továbbfejlesztésük azonban még mindig aktuális. Ez a módszer az előzőekkel szemben hatékonyabb és megbízhatóbb, mert viszonylag kisszámú minta vizsgálati eredményéből vonnak le következtetéseket a matematikai statisztikai módszerek segítségével a nagyszámú sokaságra vonatkozóan.

A mintavételes eljárásnál figyelembe kell venni néhány, az alkalmazhatóságot befolyásoló tényezőt. Ilyenek:

- Ha a mintarészlet nem reprezentatív az eredeti anyagra, akkor nem lehetséges a mérési, vizsgálati eredményeket az eredeti anyagra vonatkoztatni, tekintet nélkül arra, hogy milyen jó a vizsgálati módszer, illetve milyen gondosan került az végrehajtásra
- A végső eredmény függhet a mérési módszertől, de mindig függ a mintavétel módjától. Ahogy a vizsgálati módszerek fejlődnek és a módszerek egyre kisebb mintarészleteket igényelnek, a mintavétel hibái úgy válnak egyre nagyobb jelentőségűvé
- A mintavétel hibáit nem lehet standardok vagy referencia anyagok segítségével felderíteni. A mintavétel mindenkor egy jelentős hibaforrás
- A mintavétel végrehajtása során a szakembereknek országos vagy iparági szabványokat, EU ajánlásokat kell figyelembe venniük
- Ahol speciális módszer nem áll rendelkezésre, ott a szakemberek tapasztalatára kell hagyatkozni, illetve hasonló alkalmazásokból vett módszereket kell adaptálni.
- Amikor kétség merül fel, a kérdéses anyagot és az abból vett mintákat mindenkor heterogénnek kell tekinteni
- A mintavételes ellenőrzés elve tudomásul veszi, hogy a tételben, bizonyos százalékban lesznek hibás termékek is, melyeket az ellenőrzés nem fed fel

Nagyobb mennyiségű anyagból a mintarészlet kiválasztása a kémiai analízis fontos lépése. Ideális esetben a mintavételt egy olyan képzett mintavevő személynek kell végeznie vagy irányítania, akinek az analízis teljes folyamatáról van áttekintése. Ilyen személy lehet egy tapasztalattal rendelkező analitikus vagy a mintavételben járatos személy. Amennyiben ez nem valósítható meg, az analitikusnak fel kell vennie a kapcsolatot a megrendelővel, és közösen kell dolgozni, szükség esetén, gyakorlati segítséget kell nyújtani, hogy a mintavétel a lehető legmegfelelőbb legyen.

A **helyi vagy lokál analízisnél** diszkrét heterogén rendszerrel van dolgunk. Ilyenkor a heterogén rész kiemelésével (mikroszkóp alatt, pl. öntvényekből) vehetünk mintát.

Az **átlagmintavétel** feltétele, hogy reprezentatív legyen. Ennek megvalósítása komoly felkészültséget igényel, mivel a vizsgálandó mintatömeg és vizsgált anyagrendszer tömege között több nagyságrend különbség is van, pl. 1000t anyagból mintegy 1–10g kerül vizsgálatra. A megfelelően végzett átlagmintavétellel biztosítható, hogy a heterogenitásból adódó hiba kisebb legyen. Ha a rendszer homogén, az átlagminta vétele egyszeri, lokális mintavétellel megoldható, bármely ponton veszünk mintát, annak összetétele megegyezik a minta teljes tömegének összetételével. Inhomogenitás esetén az anyag mintázását és előkészítését megszabja:

- A fizikai állapot (pl. halmazállapot, sűrűség, ridegség, keménység, stb.)
- A kémiai tulajdonságok (pl. higroszkóposság, oxidációs hajlam, fényérzékenység)

A mintavételnél ajánlott lépések:

1. **Homogenizálás:** kis anyagmennyiségek esetén ez megoldható, nagy tömegű mintázandó anyag esetében nem gazdaságos.

2. **Statistikai módszerrel** a mintázandó tömeget megfelelő számú és gondosan megválasztott helyű lokális mintavételi helyre osztjuk fel, s az azokból vett mintákat összegyűjtjük, homogenizáljuk, ebből mintákat veszünk, így csökkentjük a minta tömegét, homogenizálás után ismét csökkentjük a minta mennyiségét.

A **mintavétel módszere** aszerint különbözik, hogy a mintázandó anyag

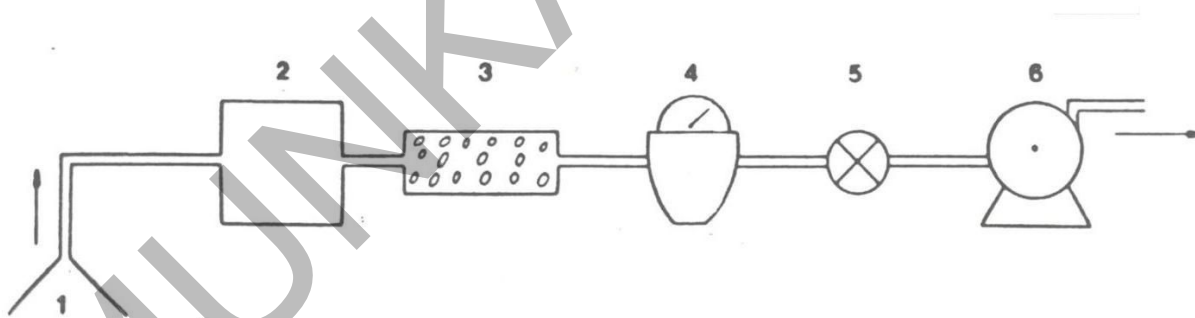
- Gáz
- Folyadék
- Szilárd anyag
- Fém, rideg anyag

2.1. LEVEGŐMINŐSÉG ELLENŐRZÉSE

A levegőminőség az egyik a legfontosabb környezeti paraméter, mert a légkör állapota jelentősen befolyásolja, sőt bizonyos esetekben meghatározza az egyéb szférák (hidroszféra, bioszféra, litoszféra) környezeti állapotát is. A légszennyeződés a környezetre komplex hatást gyakorol. Az emberi tevékenység során a levegőbe kerülő légszennyező anyagoknak számos nem kívánt hatása van.

2.1.1. Mintavétel

A levegőből történő mintavételhez a rendszerek felépítése: minta bevezető, gyűjtő vagy érzékelő, áramlási sebességet mérő egység és a levegőt mozgató berendezés (1. ábra).



1. ábra. Légszennyezők mintavételére szolgáló berendezés vázlatos összeállítása: (1) levegő bevezetés; (2) elválasztás és koncentráció; (3) szivattyút védő egység; (4) áramlásmérő; (5) áramlás szabályozó; (6) szivattyú

Minta bevezető egység: a vizsgálni kívánt minta halmazállapotától függ (gázállapotú vagy szilárd részecskék), pl. kéménybe nyúló cső, ülepedő porrészecskék összegyűjtésére szolgáló berendezés nyílása. A légszennyező források vizsgálata során a levegőben lévő **szilárd anyag** (portartalom) meghatározására az érvényes szabványok alapján gyűjtik a mintákat. A minták összegyűjtése során problémák adódhatnak:

- Rosszul kialakított mintavételi fej használata esetén nem lesz reprodukálható a mintavétel
- A minta kis mennyiségű alkotói adszorbeálódhatnak a berendezés falán, az illékony alkotók kondenzálódhatnak, így veszteség léphet fel

Aeroszol részecskék vizsgálatához membrán szűrőn, szűrőpapíron való gyűjtés során a szűrőközeg kiválasztásánál több tényezőt kell figyelembe venni:

- Adott méretű részecske halmaz összegyűjtési hatékonysága
- Áramlási karakterisztika és nyomásesés
- Szűrőközeg szennyezőanyag-tartalma
- A szűrő közeg kémiai és fizikai alkalmassága a mintavételi környezetben

A leggyakrabban használt szűrők fizikai és kémiai tulajdonságait a 1. táblázatban foglaltuk össze.

A levegőminőség vizsgálatához alkalmaznak még TSP mintavevőket (TSP, Total Suspended Particulate) a levegőben lévő **szilárd részecskék** összegyűjtésére, valamint megfelelő pórusméretű szűrőket a PM10 és a PM 2,5 részecskék felfogására.

Elnyeletés (nedves vagy száraz elnyeletők, kaszkád ütköztetők): a levegőminta keskeny résen (jet) keresztül, kényszeráramoltatással jut be a mintavevő berendezésbe. A nedves elnyeletőknél az összegyűjtési felület alkalmasan megválasztott folyadék alatt helyezkedik el. Az optimális mintavételi hatékonyság megvalósítása céljából a levegő átszívási sebessége, a berendezésektől függően, 3–30 dm³/min között változhat.

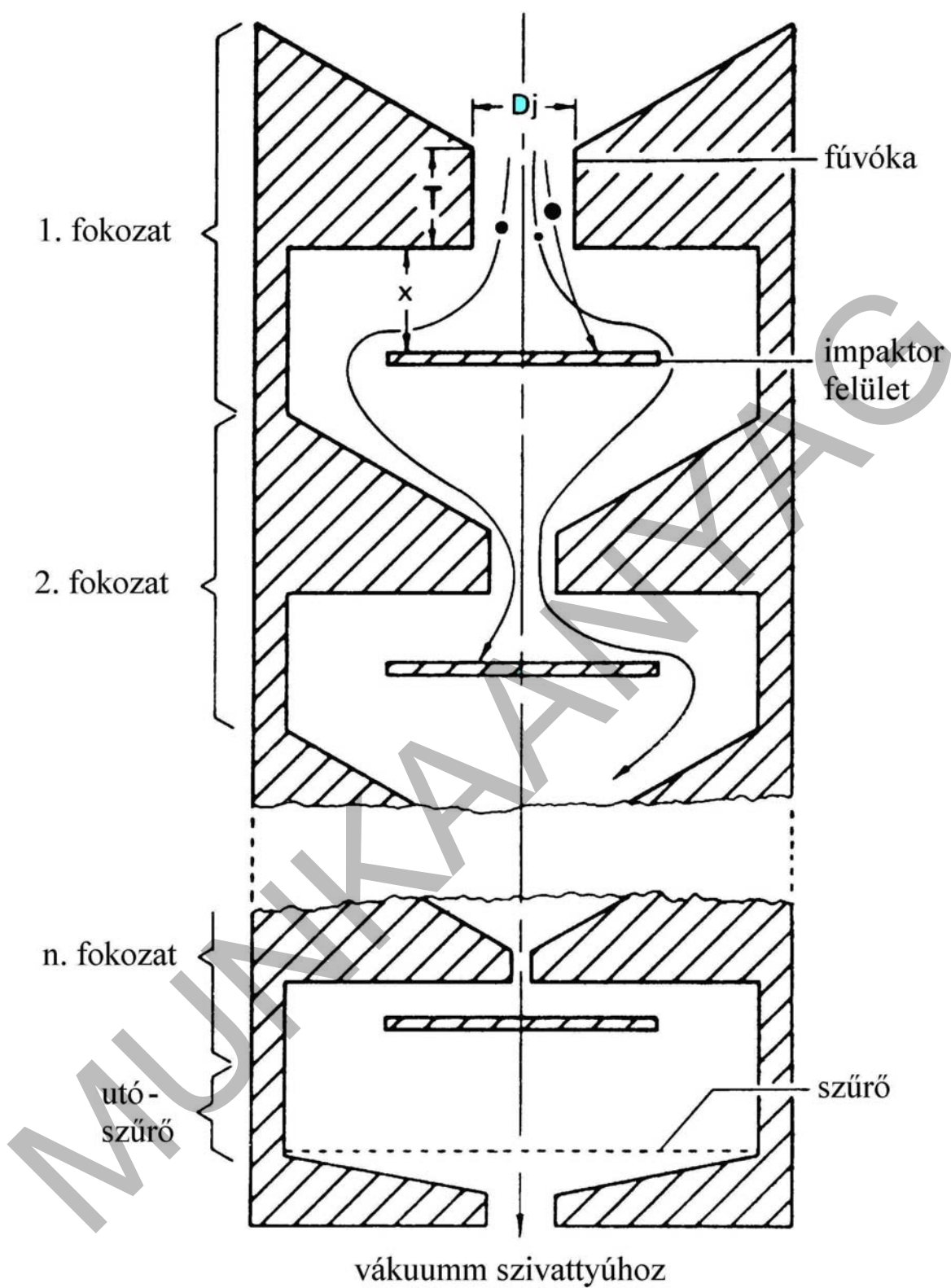
1. táblázat. Szűrőközeg tulajdonságai 10 cm/s áramlási sebességnél, 0,03 µm pórusméret felett

Szűrő	Összetétel	A szűrő közeg sűrűsége (mg/cm ²)	Felületi reaktivitás	Hatékonyság (%)
Teflon	Polytetrafluor-etén	0,5	semleges	99
Whatman 41	Cellulóz szál	8,7	semleges	58
Whatman GF/C	Üvegszál	5,2	bázikus (pH 9)	99
Gelman Quartz	Kvarcszál	6,5	pH 7	98
Nucleopore	Polikarbonát	0,8	Semleges	93
Millipore	Cellulóz acetát/nitrát	5,0	semleges	99

A kaszkád ütköztetővel az **aeroszol részecskék különböző részecskeméretű** frakciókban foghatók fel. Az ütköztetési mintavétel során az áramlási sebességet 10–40 dm³/min vagy 0,6–1,1 m³/min (Hi-Vol, nagytérfogatú mintavétel) tartományban választhatjuk meg (2. ábra).

A levegőben lévő gázfázisú szennyezők mintavételezéséhez használhatók az **adszorpciós mintavevő eszközök**. Adszorpciós mintavételnél a vizsgálandó alkotókat alkalmasan megválasztott szilárd anyagon (adszorbensen) kötjük meg, koncentrálnak. A leggyakrabban használt adszorbensek: aktív szén, szilikagél, alumínium-oxid, porózus polimerek. Az adszorbens kiválasztásának egyik fontos szempontja a minta megfelelő polaritása, pl. az aktív szén az apoláris vegyületeket köti meg elsősorban. A széles körben rendelkezésre álló kromatográfiás hordozók lehetővé teszik a megfelelő polaritású adszorbensek kiválasztását.

Az adszorbens nem reagálhat a mintával és a vizsgálandó alkotó/k nem léphet/nek reakcióba a minta többi alkotójával sem a mintavétel közben, sem a tárolás során. Az alkotó a levegőben lévő egyéb vegyületekkel sem reagálhat a mintavétel vagy a tárolás alatt: pl. az ólom-tetra-alkil vegyületek Porapak Q adszorbensen reagálnak a légköri ózonnal, ezért előzetesen olyan szelektív szűrőt kell alkalmazni, amely eltávolítja az oxidálószer és átengedi az adszorbenst.



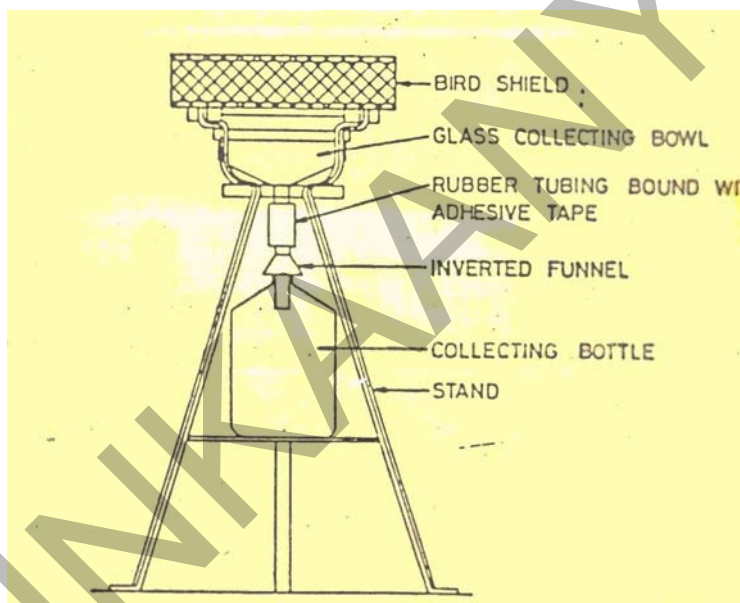
2. ábra. Kaszkád ütköztetési mintavevő vázlatos összeállítása²

Ülepedő por mintavételezésére használható a 3. ábrán látható berendezés.

A mintavétel során meg kell határozni:

Az áttörési térfogatot: azt a levegő térfogatot, amelyet az adszorbenssel töltött csövön átszívhatunk úgy, hogy valamennyi alkotó az adszorbensen veszteség nélkül megkötődjék. Standard adszorpciós csövek használata esetén a gyártó a javasolt átszívási térfogatokat előzetesen megadja

A mintavétel mennyiségi hatásfokát: a környezetben lévő szennyező alkotók mekkora hányadát kötöttük meg az adszorbensen. A hatékonyság becslését hitelesített standardokkal végezhetjük el, és az eredmények megadásánál alkalmazzuk a korrekciós faktort



3. ábra. Ülepedő por összegyűjtésére szolgáló (brit) szabványos berendezés³

Az adszorbensen összegyűjtött alkotókat oldószeres extrakcióval vagy termikus deszorpcióval nyerhetjük vissza. Minden minta-előkészítési lépés során meg kell határozni a vak értékeket, a mintákhoz elemzés előtt ismert mennyiségű hitelesített standard anyagot kell adni és ezt a mintával együtt valamennyi műveletnek alá kell vetni.

² <http://atomki.hu> (2010. július 17.)

³ Lodge J.P., Methods of Air Sampling and Analysis. (Levegő mintavételi és analitikai módszerek) Ed. Lewis Publisher, hlc. Michigan, USA, 1989

Abszorpciós mintavétel a vizsgálandó gázokat folyadékban nyeletjük el. Az abszorbeáló közeget lehetőleg úgy kell megválasztani, hogy szelektív kémiai reakciót hozzunk létre. Az elnyelető edénybe a szilárd szennyezőanyagok kiszűrése után egy üvegfríten keresztül kerül be a gáz. Az elnyeletők a legegyszerűbb és legolcsóbb passzív mintavételi eszközök, előzetes vagy rutin vizsgálatokra kitűnően használhatók. Előnyük, hogy nem igényelnek állandó felügyeletet, hátrányuk, hogy nehéz a szennyező alkotókra szelektív abszorbeáló közeget találni.

Kondenzációs mintavételnél a levegőt a vizsgálni kívánt alkotó forráspontja alá hűtjük, a vegyületek kifagynak és koncentrálnak. Az eljárás hátránya, hogy a vízgőz is kifagy és zavarja a minta összegyűjtését.

Statikus gázminta-vételnél (merev és flexibilis falú edényekben) a terepen gyűjtött gázmintát alkalmasan megválasztott tárolóedényben szállítjuk be a laboratóriumba analízisre.

A mintázandó levegő átszívására szivattyúkat használnak. A gázminta-vevőkhöz kis teljesítményű, az analízisre is alkalmas mennyiségű szilárd részecskék mintavételéhez nagy teljesítményű szivattyúk szükségesek. Mindkét esetben fontos a tartós, sőt folyamatos üzemeltetésre való alkalmasság.

A levegőminőség vizsgálatához alkalmaznak még TSP mintavevőket (TSP, Total Suspended Particulate) a levegőben lévő szilárd részecskék összegyűjtésére, valamint a PM10 és a PM 2,5 részecskék felfogására.

2.1.2. Vizsgálati módszerek

Az elemzés, tekintettel az igen kis mennyiségekre, érzékeny módszereket követel. A kézi, vagy automatikus eszközökkel végzett, hagyományosnak tekinthető mintavételt követően gyakorlatilag az analitikai módszerek teljes skáláját használhatjuk. Leggyakrabban azonban az optikai (atom és molekulaszpektroszkópiát), és az elválasztási módszereket (a különböző kromatográfiás módszerek) alkalmazzák.

A tömegmérés, a spektrofotometria, a potenciometria, gázkromatográfiás (GC), gázkromatográfia-tömegspektrometria (GC-MS), ionkromatográfiás (IC), nagynyomású folyadékkromatográfiás (HPLC), nagynyomású folyadékkromatográfia-tömegspektrometria (HPLC-MS), atomabszorpció acetilén-levegő lánggal, grafit atomizátorral, hidrid generátorral, és hideggőz technikával (AAS), indukáltcsatolású plazmaemisszió (ICP-AES), indukáltcsatolású plazmaemisszió-tömegspektrometria (ICP-MS) a leggyakrabban alkalmazott módszerek.

A levőben található szilárd részecskék (por, aeroszol) morfológiai vizsgálatára különböző mikroszkópiás, a fázisanalízisre por-röntgendiffrakciós (XRD), az elemanalízisre röntgenfluoreszcenciás (XRF) módszerek használhatók.

A leggyakoribb szennyező anyagok részletes kémiai analitikai eljárásait nemzetközi és magyar szabványok tartalmazzák. Nagy jelentőségű a mérési módszerek egységesítése, mert az eredmények csak így hasonlíthatók össze egymással. Ilyen egységesítési törekvés van az Egészségügyi Világszervezet, a Meteorológiai Világszervezet, a Nemzetközi Szabványosítási Szervezet kereteiben. Ezek a szervezetek **körvizsgálatokat, jártassági vizsgálatokat** szerveznek, amelyben a hazai intézmények, szervezetek is részt vesznek. Az elért eredmények alapján lehet megítélni a laboratórium munkáját

Az ülepedő porterhelést (tömeg/m³) 30 napos expozícióval, szabványos gyűjtőedénnyel nyert mintából, **tömegméréssel** határozzák meg. Méri a vízben oldódó és vízben oldhatatlan frakciót.

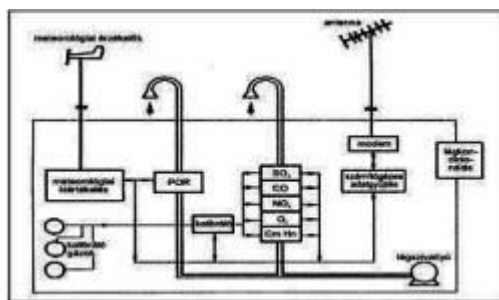
A szennyező anyagok koncentrációját mg/m³-ben, és µg/m³-ben kell megadni. Az angolszász országokban elterjedt a ppm (egy rész a millióban) használata.

A **passzív monitorok** egyszerű, viszonylag olcsó eszközök, melyek rendszerint egy tartóból (kapszulából, patronából, csőből) és egy abszorbensből (reagenssel átitatott szűrőből, aktív szénből, stb.) állnak. Több napos kihelyezéssel a szennyező anyag (pl. NO_x, SO₂, Na₂CO₃, ózon, formaldehid, benzol, toluol, szén-monoxid) az abszorbensen megkötődik. Laboratóriumi vizsgálat a megkötött komponensektől függően különböző. Nagy területek vizsgálhatók ezekkel az eszközökkel, alkalmazásuk elsősorban tájékozódó felméréseknél, előzetes vizsgálatoknál indokolt.

A szabad légkörben ártalmas (humán pathogén) mikroorganizmusok csak kis számban fordulnak elő, azonban zárt helyeken (iskola, kórház, munkahely, metróállomás, stb.) indokolt lehet a **bakteriológiai vizsgálat** céljára mintát venni. Ennek eszköze az ún. réses mintavevő, mely táptalaj felületére ütközteti a mikroorganizmusokat. A táptalajon a mikroorganizmusokat kitenyésztik és faj szerint azonosítják.

A fontos szerepe van az **allergén pollenek** vizsgálatának. Hazánkban működik egy országos pollen-ellenőrző hálózat az ÁNTSZ intézetek kezelésében. A szélirány szerint differenciáló gyűjtőkészülékben felfogott pollenrészecskéket naponta begyűjtik, és mikroszkóppal határozzák meg azok számát és fajtáját.

A **real time air monitorok** folyamatosan mérő rendszerek (4. ábra), és az eredményeket továbbítják egy adatgyűjtő központba. A többféle szennyező anyag mérésére szolgáló, komplex monitor állomásokat konténerbe, vagy mérő gépkocsiba építik be. Vázlatos berendezésüket a 4. ábra szemlélteti. Az alábbiakban a leggyakrabban mért szennyező anyagok analízatorait és főbb elemeit ismertetjük.

4. ábra. Monitor állomás elrendezése⁴

- **Kén-dioxid monitorok** működési elve a pulzáló fluoreszcencián alapul. A zavaró komponensek kiszűrése után, 314 nm hullámhosszúságú ultraibolya fénnel (UV) sugározzák be a levegőmintát. Ezen a hullámhosszúságon az SO₂ molekulák abszorbeálják a fény egy részét. A molekulák által kibocsátott fluoreszcens UV sugárzás jut az optikai rendszerbe, amelyet az elektronsokszorozó jele digitális jellé alakít át, majd eljut a mikroprocesszoros feldolgozóba.
- A monitorok egyidejűleg mérik a **nitrogén-oxid (NO)**, a **nitrogén-dioxid (NO₂)** és az **összes nitrogén-oxid (NO_x)** koncentrációját. A mérés elve a kemilumineszcencia. Az NO molekulák O₃ molekulákkal reakcióba lépve oxidálódnak. A gerjesztett NO* molekula az alapállapotba való visszatéréskor a 600–1200 nm tartományban lumineszcens sugárzást bocsát ki.
- A **szén-monoxid monitorokban** a mérés elve a nem-diszperzív, infravörös hullámhosszú, korrelációs spektrofotometria (ND-IR). A szén-monoxid abszorpciós spektruma 4,67 µm hullámhosszúságnál maximumot mutat, mely az optikai szűrő hullámhossztartományába esik.
- Az **ózon monitorokban** az ózon mérés elve az ultraibolya fénnel történő spektrofotometria. Az ózon 253,7 nm hullámhosszúságra vonatkozó abszorpciós együtthatója ismert. A Lambert-Beer törvény alapján a koncentráció kiszámítható.
- A finomabb **porfrakciók**, szálló por mérésére, ill. méret szerinti differenciálására kaskád rendszereket alkalmaznak, erre folyamatos üzemű monitorokat fejlesztettek ki. Az összes lebegő részecske (total suspended particulate, TSP) mérésére, a 10µm-nél kisebb frakció (particulate matter 10µm, PM10) mérésére, újabban pedig a 2,5µm-nél kisebb átmérőjű részecskék (PM2,5 vagy PM1,0) mérésére szolgáló eszközöket is alkalmaznak.
- A legelterjedtebb mérési elv a fokozatosan előre mozgó szűrőpapír-szalagon vett **porminta β-sugár abszorpcióján** alapul. A sugárzás elnyelődése arányos a porrétteg vastagságával, ill. a porkoncentrációval.

⁴ Barótfi István (szerk): Környezettechnika, Kézikönyv, Környezet-Technikai Szolgáltató Kft., Budapest, 1991 (ISBN 963 02 9031 6); <http://www.tankönyvtar.hu/konyvek/kornyezettechnika> (2010-07-17)

- A légkörben előforduló **szerves anyagok** mérésére szolgáló monitorok első generációja az ún. „nem-metán szén-hidrogén”-eket méri. A légkörben természetes forrásokból származó, viszonylag nagy koncentrációban jelen lévő metánt katalitikus kivonással kiküszöbölve, méri a többi illékony szén-hidrogén komponens összegét. Mérési elve a láng-ionizációs detektorral ellátott gázkromatográfia.
- Az újabb készülékek általában a közlekedési forrásokra és vegyi üzemekre jellemző **benzol, toluol és xilol (BTX)** koncentrációját követik. Erre szolgáló speciális gázkromatográf a Chrompack monitor, melynek legalacsonyabb érzékelési koncentrációja benzolra $0,1\mu\text{g}/\text{m}^3$. A formaldehid monitorozására alkalmas a TEI Model 54C.
- A **nyílt, hosszú fényutas spektroszkópia** (DOAS, Differenciál Optikai Abszorpció Spektroszkópia) lényege, hogy egy ívlámpa széles spektrumú sugárnyalábot bocsát ki, mely áthatol a vizsgálandó 10-5000 m-es minta-szakaszon. Az ultraibolya és látható fényt passzív visszaverő juttatja vissza a vevő optikához. Itt egy száloptikán keresztül jut a fény az elemzést végző spektrométerbe. A szennyező gázok jellemző spektrumot nyelnek el az emittált fényből, melynek hullámhosszát az analízátor nagy érzékenységgel és pontossággal határozza meg. Alkalmazhatók egy utca, egy városrész, vagy pl. repülőtér szennyezettségének ellenőrzésére, "on line" üzemmódban. Mérhető anyagok: az ózon, nitrogén-oxidok, kén-dioxid, BTX, formaldehid, fotokémiai szennyeződések, más szerves anyagok és aldehidek.

Bármelyik típusú levegőszennyezettség mérést használjuk is, a beruházás és üzemeltetés költségei jelentősek, a munkaerő ráfordítás nagy. Emellett a legkorszerűbb mérőrendszerrel sem lehet egy település teljes terjedelmének szennyezettségét megismerni, időbeli alakulását, a csúcserőtekeket az egész területre nézve megmérni.

A mérések kiegészítésére ezért esetenként, pl. hatásvizsgálatokhoz, pótolhatatlan a **terjedési modellek alkalmazása**. Az első terjedési modelleket emisszió-pontforrásokra dolgozták ki. Ma már használatban vannak az immisszió adatokat felhasználó, városi közlekedési és települési terjedési modellek is. Ezek az immisszió-mérő állomások adataira támaszkodva, az emissziók, a terepalakulatok és a meteorológiai tényezők figyelembe vételével, jelentős kiterjedésű területek expozícióját jó közelítéssel adják meg. Előnyük továbbá, hogy változó állapotokra, prognózisok készítésére is alkalmasak.

A kibocsátás más néven **emisszió** meghatározása történhet méréssel, illetve műszaki számítással. A számítással történő meghatározás alapul veszi az anyagmérleget, a fajlagos és tapasztalati adatokat. Ez abban az esetben használható, ha nincs meg az a műszaki lehetőség, amellyel az emisszió meghatározás megoldható lenne. Gyakoribb és ma már egyre teljesebb körű az emisszió méréssel történő meghatározása.

2.2. VIZEK MINŐSÉGÉNEK ELLENŐRZÉSE

A vizek minőségének ellenőrzésekor számos feladatot kell megoldani. Az emberi egészség és a környezet megóvása, a technológiai rendszerek helyes működése szempontjából – a teljesség igénye nélkül – megkülönböztethetünk pl. ivóvíz-, szennyvíz-, felszíni víz-, ipari víz, stb. vizsgálatokat.

2.2.1. Mintavétel

A különböző eredetű (pl. ivóvíz esetében a 201/2001.(X.25.) Kormányrendelet az ivóvíz minőségi követelményeiről és az ellenőrzés módjáról) víz minőségi paramétereit (az előírt határértékeket), rendeletek, szabványok határozzák meg, amelyek a betartása minden szervezet számára kötelező.

A mintavételt úgy kell elvégezni, hogy

A begyűjtött minta jellemző legyen az egész víztömegre (reprezentatív mintavétel)

A vízminta összetétele ne változzon meg az elemzés befejezéséig (szakszerűen vett minta)

E két alapvető követelmény kielégítése körültekintő munkát igényel, ezért mintavétel előtt meg kell fogalmazni

A vizsgálat célját

A minták kezelési módját

Az adott alkotók meghatározására alkalmazandó analitikai módszert

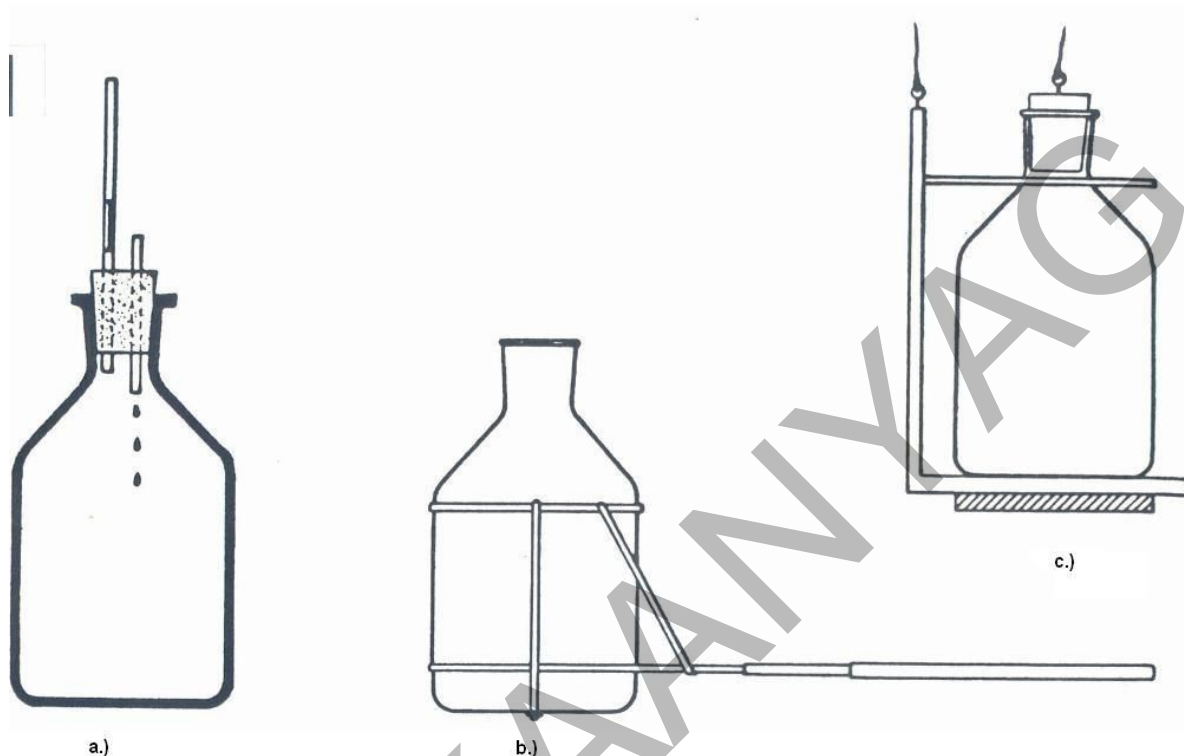
A mintavétel helyét, gyakoriságát, a mintaszámot a feladat jellege határozza meg. Rendszerint jogszabályok vagy szabványok rögzítik ma már ezeket a szempontokat. Pl. egy kisebb szennyvíztelep működésének követése negyedéves ellenőrzésen alapul, amikor is az üzemeltető (pl. önkormányzat megfelelő szervezete) megvizsgálhatja a kezelendő (nyers) és a tisztított szennyvizet a törvényben meghatározott paraméterekre. A mérési eredményeket összefoglaló jelentést az illetékes környezetvédelmi hatóság felé továbbítja. A szennyvíztelepen a kétféle minta vételére alkalmas hely adott a technológiának megfelelően, a mintavétel gyakoriságát a jogszabály előírja, a mintaszám is adott, hiszen egy kezelendő, és egy tisztított szennyvíz kerül a vizsgáló laboratóriumba.

A legtöbb elemzéshez nem szükséges különleges vagy bonyolult mintavétel, gyűjtőedény. Rendszerint 0,5–2dm³ minta elegendő a szabványban rögzített, rutinszerű vizsgálatokhoz. Különböző mintavételi berendezéseket kell alkalmazni a felszíni és mélységi mintavétel során.

A mélységből történő mintavételnél gondoskodni kell arról, hogy az edény nyílását valóban a kívánt vízmélységnél tegyük szabaddá. Különös gondot kell fordítani a mintavevő edény anyagára, a belső felület tisztítására és a minta szennyezésének elkerülésére.

Az automatikus mintavevők felügyelet nélkül, előre meghatározott ideig gyűjtik össze a vízmintákat. Több berendezés elhelyezésével a megfigyelési rendszer tetszés szerint építhető.

Adszorbenssel töltött csövek vagy alkalmasan megválasztott szűrő anyagok segítségével in situ mintavételi eljárás is alkalmazható. A nagyobb térfogatú vízmintát perisztaltikus pumpával vezetik keresztül az adszorbenssel töltött oszlopon és a nyomnyi mennyiségű alkotó elemek az aktív centrumokon megkötődnek. A szerves vegyületek visszanyerésére leggyakrabban termikus deszorpciót vagy oldószeres extrakciót alkalmaznak.



5. ábra. Felszíni és sekély vízmélységből vízminta vételére szolgáló eszközök (a.) kézi, függőleges mintavevő; (b.) kézi, teleszkópos mintavevő; (c.) időintegrált mintavevő

Különböző mintavételi eljárásokat kell alkalmazni attól függően, hogy a víz felszínéről vagy a víztestből kell a mintát gyűjteni. A vizet szennyező olajok, zsírok vizsgálata esetén a víz felszínéről veszünk mintát gondosan ügyelve arra, hogy a mechanikai szennyezéseket elkerüljük. A víztestre jellemző átlagmintát a felszín alatti 20 cm-nyi rétegből gyűjtjük. A mintának prezentálnia kell az egész víztérfogatot.

Követelmények a mintavételi és tároló edénnyel szemben:

Az edényeket különös gonddal kell kitisztítani, a belső felületről szennyező anyag nem kerülhet a mintába

A műanyag edényből szerves anyagok (lágyítók), üvegből szilícium, nátrium és egyéb fémek kerülhetnek a mintába, ezek szennyező források lehetnek

A nyomnyi mennyiségű fémek adszorbeálódhatnak az üveg felületén, és szerves alkotók kötődhetnek meg a műanyag edények belső falán,

A minta valamely alkotója reagálhat az edény anyagával, pl. fluoridion az üveggel.

A vízminták vételét meghatározza a **vizsgálat célja** és a **minta kezelésének módja**. A teljesség igénye nélkül ilyen szempontok lehetnek pl.

Ha a minta tartalmaz szuszpendált részecskéket, és vizsgálat célja pl. az oldott vastartalom meghatározása, akkor a helyszínen nem szabad a mintát megsavazni, mert a salétromsav hatására a szuszpendált anyag feloldódhat, és ezzel helytelen eredményhez jutunk. Ilyenkor a szűrést a helyszínen el kell végezni, és szűrletet azután lehet konzerválni.

Ha mintából nitrit-, vagy nitrátionokat kell meghatározni, akkor sem szabad megsavanyítani a mintákat salétromsavval.

A szerves szennyezők vizsgálatára vett mintákat kihevített üvegedényekbe vesszük, elkerülve ezzel a minták esetleges elszennyeződését.

A vízmintavételi szabványok ezekre a szempontokra felhívják a figyelmet, és gondos munkával biztosítható a megbízható minta az analízis céljának megfelelően.

A bizonyos esetekben minták tartósítására általában $\text{pH} < 2$ értékre való savazást és/vagy feldolgozásig 4°C -on történő tárolást kell alkalmazni, azonban pl. a nitrátionok (vagy oldott oxigén) meghatározása esetén az analízist a mintavétel után haladéktalanul meg kell kezdeni.

2.2.2. Vizsgálati módszerek

Vízminták vizsgálatához csaknem valamennyi analitikai módszert felhasználhatjuk. Figyelembe kell venni azonban azt, hogy a módszer megválasztásánál elsősorban a szabványosított eljárások használata szükséges, továbbá a laboratórium eszközellátottsága is korlátozó tényező lehet, valamint a módszerek költségigénye is figyelembe veendő a cél megvalósításakor.

A 2. táblázatban összefoglaltunk néhány főbb vízkémiai paramétert a hozzá tartozó módszerrel együtt.

Fémek meghatározását a természetes vizekből az alkalmasan megválasztott mintavétel után leggyakrabban AAS, ICP-AES, ICP-MS, elektrokémiai vagy spektrofotometriás módszerekkel végezhetjük el. A kidolgozott analitikai módszereket validálni kell.

Az elemzések előtt a vízmintát 0,45 µm pórusméretű membránszűrőn át kell szűrni. A mechanikai szétválasztással a vízben oldott és a részecskékhez kötött fémtartalmat határozzuk meg. Ha a vízmintában a fémek olyan kis koncentrációban vannak jelen, hogy közvetlenül nem mérhetők, akkor előzetes dúsítást kell alkalmazni. A fémionok koncentrálására ioncserélő gyanták alkalmazhatók. Az ioncserélő anyagok közül előnyösen használhatók a kelátképző gyanták, a komplexképző funkciós csoportokat tartalmazó ioncserélőn a fémek eltérő erősséggel kötődnek meg és alkalmasan megválasztott pH-jú oldattal szelektíven eluálhatók és egyenként meghatározhatók.

2. táblázat. Ivóvíz vizsgálati módszerek a főbb paraméterekre

Vizsgált komponens	A módszer elve	Mérték-egység	Vizsgálati módszer
KO _{lps}	permanganometria	mg/l	MSZ 448-20:1991
m.lúgosság	sav-bázis titrálás	mmol/l	MSZ 448-11:1986
összes keménység	komplexometria	CaOmg/l	MSZ 448-21:1986
karbonát keménység	sav-bázis titrálás	CaOmg/l	MSZ 448-21:1986
fajl.el.vez.kép.	konduktometria	mS/cm	MSZ 448-29:1984
pH	potenciometria		MSZ 448-22:1985
kalcium	kompleometria	mg/l	MSZ 448-3:1985 2.
magnézium	kompleometria	mg/l	MSZ 448-3:1985 3
nátrium	lángfotometria	mg/l	MSZ 448-10:1977
kálium	lángfotometria	mg/l	MSZ 448-10:1977
ammónium	spektrofotometria	mg/l	MSZ ISO 7150-1992
arzén	atomabszorpció	mg/l	MSZ 448-47:1982 5.
vas	atomabszorpció	mg/l	MSZ 1484-3:1998
mangán	atomabszorpció	mg/l	MSZ 1484-3:1998
hidrokarbonát	sav-bázis titrálás	mg/l	MSZ 448-11:1986
nitrit	spektrofotometria	mg/l	MSZ 448-12:1992 3.2
nitrát	spektrofotometria	mg/l	MSZ 448-12:1992 2.2
klorid	csapadékos titrálás	mg/l	MSZ 448-15:1982
szulfát	csapadékos titrálás	mg/l	MSZ 448-13:1983 3.
huminsav	spektrofotometria	mg/l	egyedi módszer

A természetes vizekben lévő komponensek összes koncentrációjának meghatározása mellett ma már egyre inkább előtérbe kerül az oldott fémek fizikai-kémiai formájának, módosulatának meghatározása (speciation). Ezek az ismeretek a környezettudományi kutatásokban nélkülözhetetlenek, mert az eredmények alapján információ nyerhető a természeti folyamatokban közvetlenül résztvevő vegyületek minőségéről és közelítő mennyiségéről. Hasonlóan, a különböző szférákban (atmoszféra, hidroszféra, litoszféra, bioszféra) megtalálható szennyező anyagok stabilitása, biológiai lebonthatósága, reakcióképessége, stb. elősegíti a környezeti állapot megismerését, a környezetszennyezés megelőzését és a hatékony környezet-védelmet. Nem elég tehát az összes koncentráció ismerete, szükségünk van a fizikai-kémiai formák meghatározására is.

A **fémek kémiai formájának meghatározásánál** rendszerint három alapvető kérdésre kell válaszolni:

- Oxidációs állapot (pl. Fe^{2+} vagy Fe^{3+})
- Lontöltés: anion, semleges vagy kation
- Szerves vagy szervetlen alkotók

A fizikai szétválasztás alatt ebben a tekintetben a részecskeméret szerinti frakcionálást értjük, amelyet pl. alkalmasan megválasztott mintavétellel egy lépésben is megoldhatunk.

A kémiai formák meghatározása rendszerint komoly analitikai felkészültséget és más gondolkodásmódot igényel. Az analízis megtervezésénél, többek között, figyelembe kell venni a természetben lejátszódó folyamatok tulajdonságait, a lehetséges reakciókat, adszorpciót és deszorpciót, a pH és a redoxipotenciál meghatározó szerepét.

A vízminőség jellemzése céljából végzett analízisek során a gyűjtött mintákat a felszín alatti 20cm-es rétegből üveg vagy műanyag edényben hozhatjuk a felszínre. A mélységi mintavételhez speciális eszközök kellenek.

A vízmintát savval nem tartósíthatjuk, mert a pH megváltoztatásával az adszorbensként jelenlévő szervetlen vegyületek felületi töltését is megváltoztatjuk és az adszorbeált fémionokat deszorbeáljuk. Így a szilárd részecskékhez kötött fémionokat az oldatfázisba visszük. Kifagyasztást sem alkalmazhatunk, mert a keletkező jégkocka göcök adszorpció centrumként szerepelhetnek.

A 4°C-on való tárolás és a minél gyorsabb analízis az egyik megfelelő eljárás a kémiai formák meghatározására.

Nyomnyi mennyiségű fémek kémiai formájának meghatározása összetett mérés technikát igényel, a kromatográfiás elválasztást a fémionra specifikus detektálás követi. A természetes vizekben lévő szerves fémkomplexek elválasztása, megfelelő minta-előkészítés után, a szerves vegyületrész alapján valósítható meg, míg a detektálás atomspektrometriai módszereket igényel. A gázkromatográf – tömegspektrométer műszer-együttest elemszelektív detektorokkal kapcsolhatjuk össze (MIP, mikrohullámmal indukált plazma emissziós detektor, atomemissziós, atomfluoreszcens vagy atomabszorpciós detektor). A nagynyomású folyadékkromatográfot (HPLC) az általánosan használt UV/fluoreszcenciás/törésmutató detektorok kiegészítéseként HPLC-MS, HPLC-ICP HPLC-ICP-MS, GC/HPLC-DCP (DCP, egyenáramú plazma emisszió) műszer-együttesként használhatjuk az elemzéshez. A módszerek különböző szelektivitással, érzékenységgel és kimutatási határral rendelkeznek és mindig az adott feladat szabja meg felhasználhatóságukat.

Vizeket szennyező illékony **szerves vegyületek, pl. klórozott szénhidrogének** meghatározása során a kifúvás-csapdázás technika (purge and trap) a legelterjedtebb. A vegyületek elválasztására gázkromatográfiás módszereket használnak. A vízmintából a szerves alkotókat kiűző (sztrippelő) gázt célszerű a kromatografálásnál használt vivő gázként alkalmazni. Gazdaságos és hatékony az eljárás, ha zárt rendszerű egységgel dolgozunk, és héliumot használunk. A vízből kihajtott vegyületeket adszorbensen foghatjuk fel: pl. aktív szén, Tenax GC, (2,6- difenil-p-fenilén-oxid), stb. Az adszorbensekről a komponensek visszanyerésére a oldószeres extrakciót (pl. CS₂) vagy termikus deszorpciót alkalmazhatjuk.

A **termikus deszorpciót** kereskedelembe kapható, vagy házilag készített, a kromatográf injektor részéhez közvetlenül csatlakoztatható egységgel végezhetjük. A kapcsolatot kvarc kapilláris (fused silica) teremthetjük meg, amelynek belső felülete kellően inert ahhoz, hogy ne adszorbeálja az alkotókat. A csatlakoztató vezeték a lehető legrövidebbre kell választani. A termikusan felszabadított alkotókat az analitikai oszlop elején hideg-csapda segítségével összegyűjtjük, koncentrálnak. Ez rendszerint úgy történik, hogy a kapilláris oszlopot folyékony nitrogénnel, vagy oxigénnel lehűtjük. Az elválasztott komponensek detektálását ECD (electron capture, elektronbefogós detektor), MS (tömegspektrometriás detektor) vagy elem-specifikus detektorokkal végzik. A megbízható analitikai mérésekhez a használt oldószerekkel, adszorbensekkel, berendezésekkel vak méréseket is kell végezni. Az optimális kromatográfiás körülmények beállítása után meg kell határozni a kilevegőztetés hatékonyságát, a dúsítás hatásfokát, az áttörési térfogatot és a visszanyerés hatásfokát. Ezek a műveletek hitelesített standard anyagokkal végezhetők el.

A **klórozott szénhidrogének, elsősorban a trihalometánok** gyors és megbízható kivonására, összegyűjtésére használják a **folyadék-folyadék extrakciót**. Extraháló szerként pentánt, hexánt, esetleg metil-ciklohexánt vagy 2,2,4-trimetilpentánt javasolnak. A módszert tisztított és klórozással fertőtlenített ivóvíz felhasználás előtti minősítésére dolgozták ki, és négy komponenst határoznak meg: kloroform, bróm-diklór-metán, dibróm-klór-metán és bromoform. A folyadék-folyadék extrakcióval hatékonyan kinyerhetjük a vízből az apoláris szerves komponenseket és a poláris vegyületek egy részét. A kimutatási képesség jelentősen javítható, ha az analízist kapilláris kromatográfiás oszloppal és elektronbefogós detektorral (GC/ECD) végezzük. A szabványban előírt módszer 0,5–200 µg/L trihalometán koncentráció meghatározására alkalmas.

A **nem illékony szerves vegyületek** elválasztására és mennyiségi meghatározására **szilárd fázisú extrakciót** használhatnak (SPE, Solid Phase Extraction). Számos adszorbens alkalmas szerves szennyezők vízből való közvetlen összegyűjtésére, kivonására: aktív szén alapú szorbensek, polimer bázisú gyanták (sztirol-divinilbenzol kopolimerek, akrilát polimerek), Tenax-GC (2,6-difenil-p-fenilénoxid), kémiaiilag kötött szilika állófázisok, ioncserélők, poliuretánok. A megkötött vegyületek alkalmasan megválasztott eluálószerekkel az adszorbensekről visszanyerhetők. Ez a dúsítási művelet kis hatékonyságú folyadékkromatográfiás elválasztásnak tekinthető és a kromatográfiás oszlop retenció jellemzői határozzák meg a koncentrációs határfokát. A módszernek számos előnye van a hagyományosan használt folyadék-folyadék extrakcióval szemben:

- A minta közvetlenül a szabadban, a természetes vízből gyűjthető
- Gyorsabban és egyszerűbben végrehajtható minta-előkészítést jelent
- Nem képződik emulzió
- Biztonságos és nincs oldószertől eredő egészségkárosodás
- Rugalmas, eluensként számos oldószer választható
- Olcsó

A módszer hibaforrásai:

- Kompetitív reakciók a víz-szorbens rendszerben
- Az oszlop túlterhelése, korai áttörés a pórusok eltömődése miatt
- Az álló fázissal töltött oszlopok nem egyenletes minősége csökkentheti, reprodukálhatóságot

A megbízható analitikai méréshez a módszerek minden lépését külön-külön ellenőrizni kell. Célszerűen az alábbi műveleteket kell elvégezni:

- Az adszorbensekből származó vak érték meghatározása
- A visszanyerési hatékonyság és az áttörési térfogat meghatározása standard vegyületek segítségével
- Eluálószer és a használt eszközök tisztaságának ellenőrzése

Példa az ivóvíz minőségének vizsgálatára

Az ivóvíz minősítése fizikai, kémiai, bakteriológiai, hidrobiológiai, toxikológiai és radiológiai jellemzői alapján történik. Az idézett rendelet⁵ alapján állapítsuk meg annak a víznek a minőségét, amelynek laboratóriumi vizsgálatakor az alábbi összefoglaló jegyzőkönyvet készítettük el:

Megjegyzés: a táblázatban olyan vízminőségi jellemzőket választottunk, amelyeket a vízvizsgáló laboratóriumok mindig vizsgálnak.

Vízminőségi jellemző	Mértékegység	Mért érték	Határérték ⁶	Módszer
Ammóniumion (NH ₄ ⁺)	mg/dm ³	1,5*	0,5	MSZ ISO 7150-1992
Nitrition(NO ₂ ⁻)	mg/dm ³	0,7*	0,5	MSZ 448-12:1992 3.2
Permanganát index (KOI _{ps})	mg/dm ³	3,6	5,0	MSZ 448-20:1991
Vas	mg/dm ³	0,1	0,2	MSZ 1484-3:1998
Vezetőképesség	μS cm ⁻¹ 20°C-on	543	2500	MSZ 448-29:1984

Megoldás, értékelés:

A táblázatban a mért értéket össze kell hasonlítani a határértékekkel, s ennek alapján megállapíthatjuk, hogy az általunk vizsgált víz minősége **nem felel meg** az idézett kormányrendeletben megadott követelményeknek, mivel az ammóniumion és a nitrition koncentrációja nagyobb, mint a megengedett határérték. Az eredmények kiértékelése alapján következik az intézkedés.

2.3. SZILÁRD ANYAGOK MINŐSÉGÉNEK ELLENŐRZÉSE

A szilárd anyagok sokfélesége indokolja, hogy a minőségellenőrzési feladatok megoldásához szükséges módszereket és eszközöket valamiféle csoportosításban próbáljuk meg áttekinteni. A szilárd anyag lehet heterogén, nagy darabos (pl. egy vagon szén, kommunális szemét, stb.), vagy éppen ömlesztett termék (pl. műtrágya depóniában, vagy éppen zsákokba töltve). Ebben a fejezetben igyekszünk általánosan megközelíteni a feladatot, mivel számos esetben rendelkezésre állnak a mintavételi és a vizsgálati szabványok, amelyek segítik a minősítők munkáját.

2.3.1. Mintavétel

A szilárd anyagok, pl. talajok, üledékek, hulladékok, iszapok, vegyipari termékek, stb. rendszerint heterogének és szerkezetüket, összetételüket, víztartalmukat tekintve nagyon különbözőek. Ezért a reprezentatív mintavételhez rendszerint több részmintát kell venni. A mintavétel módját számos tényező befolyásolhatja.

Mintavételi stratégia a következő:

Véletlenszerű mintavétel; a szilárd anyag kémiai összetételéről semmilyen ismeretünk nincs. Először kijelöljük a mintavételi pontokat, majd általunk megválasztott számú mintát gyűjtünk

⁶ 201/2001.(X.25.) Kormányrendelet az ivóvíz minőségi követelményeiről és az ellenőrzés rendjéről

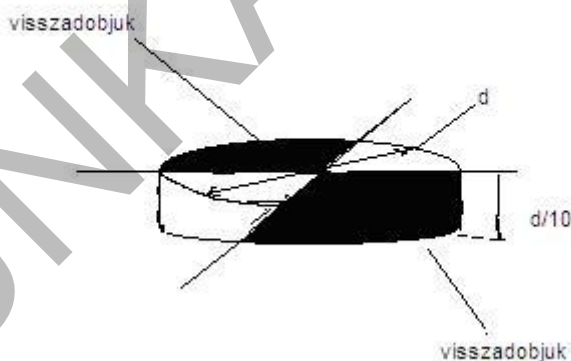
Statisztikusan véletlenszerű mintavétel; a nem véletlenszerűen heterogén területek izolálása után az egyes elkülönített részekből egyszerű véletlenszerű mintavétellel gyűjtünk vizsgálati anyagot. Előzetes ismeretekre szükség van

Szisztematikus véletlenszerű mintavétel; akkor használható, ha a vizsgálandó anyaghalmoz elrendezése véletlenszerű. Az első mintát véletlenszerűen választjuk ki a halmazból, míg a következő mintákat adott hely vagy idő függvényében gyűjtjük

Hivatalos személy által vett minta (célzott mintavétel); a nem véletlenszerűen elrendezett halmazból olyan személy vesz mintát, aki előzetes ismeretekkel bír a kémiai összetételt illetően

A nyers mintát 50–100 részletben emeljük ki a fő tömegből, majd minden 30–50-ik részletet ömlesztett tömeg esetén (pl. átlapátolással végzett homogenizálásnál) lapáttal visszatesszük. Lényeges, hogy kisebb tömegű mintát vegyünk minél több helyről a vizsgálandó mintahalmaz sajátosságaitól függően. Az összegyűjtött mintarészeket homogenizáljuk, őröljük, alkalmasan megválasztott szitán szemcseméret szerint szétválasztjuk, majd kör alakú lepényt alkotva negyedeléssel tovább osztjuk

Ezután d átmérőjű és $d/10$ vastagságú kör alakú réteggé terítjük és negyedeljük (6. ábra). A szemközti részt a negyedeléskor visszatesszük az anyag fő tömegéhez



6. ábra. Az kör alakú összegyűjtött minta negyedelése

A mintavételhez saválló acélból készült eszközöket, a minta tárolására műanyag vagy krómozott acélból előállított edényeket használhatunk. A mélységi mintavétel során speciális fúróberendezéseket kell használnunk.

A laboratóriumi minta-előkészítés egyik lépése a heterogén anyagok őrlése, amely hibaforrás lehet az analízis folyamatában. A szemcseméret csökkentését igen gondosan kell elvégezni. Az őrlési, aprítási módszer helytelen megválasztása a minta elszennyeződéséhez vezethet, amit „vakpróbával” nem tudunk figyelembe venni.

Az őrlési módszert a minta keménysége határozza meg. A mozsár, dörzscsésze a könnyen törhető anyagok aprítására szolgál. Golyós malom kerámia, porcelán vagy acélgolyókkal már keményebb anyagok őrlésére alkalmas, azonban fennáll a veszélye a minta elszennyeződésének. Az achát és bór-karbid mozsár alkalmazásakor kisebb a szennyeződés veszélye, azonban a wolfram-karbid és korund golyók esetében is fémszennyeződést tapasztaltak.

Az őrlésből származó hibák, szennyeződések figyelembevételére kevés a lehetőségünk, ezért javasolják, hogy az aprítási művelet esetleges elhagyásával kevesebb probléma léphet fel.

Az őrléshez hasonló módon, a szitálás sem vehető számításba a minta-előkészítés során. Különösen olyan esetekben, amikor kicsi szemcseméretű frakciókat (pl. üledékből <1mm) különítünk el nedves szitálással részszövetből készült szitán. Számolnunk kell a szita anyagából oldódó, vagy a mechanikus dörzsölés következtében a mintába kerülő részszennyeződéssel.

A homogenizálási, aprítási, negyedelési műveletet az elejétől addig folytatjuk, míg egy homogén, kb. 10–100g minta mennyiséghez jutunk. A további vizsgálatokat ezzel a reprezentatívnak tekintett mintával (laboratóriumi minta) végezzük.

2.3.2. Elemzés előtti minta-előkészítés

A megbízható mintavételt az alkalmasan megválasztott **elemzés előtti minta-előkészítés** követi. A minta-előkészítésnél követjük a szabványosított módszerek előírásait, vagy pedig az egyedi módszerek esetén a vizsgálat célja, továbbá az analitikai eljárás szabja meg a követendő lépéseket. A legtöbb esetben az analitikai módszer folyadék halmazállapotú mintát igényel, és így a szilárd mintákat oldatba kell vinni.

A mennyiségi meghatározáshoz a bemért vizsgálandó anyagot maradék nélkül oldatba kell vinni. Részleges oldás csak akkor fogadható el, ha a meghatározandó alkotórésznek a mintában lévő összes mennyiségét feloldottuk.

Az oldatba viteli módszereknél figyelemmel kell lenni:

- A minta típusára
- Milyen alkotót(alkotókat) kívánunk meghatározni
- Milyen vegyület formájában fordul elő a meghatározni kívánt alkotó a mintában
- Milyen analitikai módszert alkalmazunk a meghatározáshoz

Anyagok felosztása az oldatba vitel szempontjából:

- Vízben ill. híg savakban, lúgokban feloldható anyagok
- Ezekben oldhatatlan, csak feltárással oldatba vihetők

Vízben oldhatók: kloridok, nitrátok, szulfátok többsége. Savakban: fémek, fémoxidok, karbonátok egy része, lúgokban: néhány fém és fémoxid.

A minták oldatba vitelét végezhetjük hagyományos (klasszikus) módszerekkel, atmoszférikus nyomáson, szobahőmérsékleten, homokfürdőn, vízfürdőn, stb.

A „klasszikus” elemzés előtti minta-előkészítési módszerek időigényesek, viszonylag nagy mintamennyiség feldolgozását teszik szükségessé, a minta elszennyeződésének is nagyobb a veszélye. Az analitikai kémiával szemben megfogalmazott egyre szigorúbb követelmények igényelték az új, modern minta-előkészítési módszerek kidolgozását. Indokolta ezeket a fejlesztéseket az is, hogy a minőségbiztosítási, minőségellenőrzési eljárások, a laboratóriumok akkreditálása jól ismételhető, dokumentálható eljárásokat igényel.

A modern minta-előkészítési módszerek tulajdonképpen a „klasszikus” eljárásokban megismert kémiai folyamatokat használják fel mechanizált, automatizált vagy valamilyen hatékony módon felgyorsított módszerben. Általános törekvés volt a módszerek kifejlesztésénél, hogy a mérést ugyanabból az edényből (amiben feltárták a mintát) el tudják végezni, így a minta elszennyeződésének veszélye és a veszteségek is csökkentek. Az oldatba viteli folyamatban jelentős hibaforrás oka, pl. a nem teljes feltárás, a levegőben szálló por, a feltárási edény falán történő adszorpció/deszorpció, az edény falán bekövetkező kémiai reakció.

A korszerű oldatba viteli módszerek a következők:

Nagynyomású feltárás

Mikrohullámú feltárás

Hidegplazmás hamvasztás

Infravörös hamvasztás

2.3.3. Vizsgálati módszerek

2.3.3.1. Morfológiai vizsgálatok

A mintában lévő részecskék alakját, az átlagos részecskeméretet, az egyedi részecskék és az aggregátumok arányát, szálas anyagoknál a hossz (l)/ átmérő (d) arányt ($l/d > 3$ esetén szálas anyagról beszélünk) határozhatjuk meg. A vizsgálatokat pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM, Scanning Electron Microscopy) és transzmissziós mikroszkóppal (TEM, Transmission Electron Microscopy) végezhetjük.

A morfológiai vizsgálat a SEM berendezéshez kapcsolt energiadiszperzív röntgenanalizátor (EDAX, Energy Dispersive X-ray Analyser) segítségével közelítő elemi összetétel becslésére is alkalmas. A közelítő becslés feltétlen hangsúlyozandó, mert nagyon kis mintarészlet nagyon kis területét pásztázzuk, és ez nem elégíti ki a reprezentatív mintavétel követelményeit. Előnye, hogy alkalmasan megválasztott kísérleti körülmények betartásával egyedi szemcsék analízise végezhető el.

2.3.3.2. Ásványi összetétel meghatározás

Az ásványos fázisok (pl. azbeszt, kvarc) meghatározásához por röntgendiffrakciós (XRD) és infravörös spektrometriás (IR) módszerek alkalmazhatók. A minőségi vizsgálatok során az XRD eljárás nélkülözhetetlen, de előfordulhat, hogy a kis mintatömeg miatt az analízis nem végezhető. A megbízható analízishez és a validált mérési eredmények szolgáltatásához hazai vagy nemzetközi hitelesített standard anyagok használata szükséges. Mindkét analitikai módszer a szilárd részecskék közvetlen vizsgálatára alkalmas, különösebb minta-előkészítést nem igényel.

2.3.3.3. Elemi összetétel meghatározása

Az elemi összetétel meghatározására az analitikai módszerek közül az atomabszorpciós spektrometriát (AAS) és az induktív csatolású plazma atomemissziós spektrometriát (ICP-AES) használják a leggyakrabban. A szilárd mintás AES és a röntgenfluoreszcenciás (XRF) eljárás kivételével a szilárd halmazállapotú mintákat feltárással oldatba kell vinni.

A feltáráshoz erős savakat, savelegeket, savanyú feltárárszereket ($K_2S_2O_7$, $KHSO_4$), nagyobb hőmérsékletet és/vagy nyomást használnak. A feltárárs hatékonyságának meghatározására az analízist hitelesített standard anyagokkal kell elkezdni. A feltárást a vizsgálandó minta természetétől függően nyitott edényben, láng felett ezüst-, nikkel- vagy platinatégelyben, (fülke!) zárt edényben, (teflon bomba) végezhetjük.

A feltárást nagymértékben elősegíti a korszerű nagynyomású hamvasztók (HPA, High Pressure Asher) és a mikrohullámú berendezések (MW, Micro Wave) használata, amelyek a kívánalmaknak megfelelően számítógéppel vezérelhetők. A feltárárs szerekekkel a vizsgálandó mintákhoz hasonló körülmények között vak mérést kell végezni.

2.3.3.4. Szerves anyagok meghatározása

A szilárd minták számos szerves vegyületet tartalmazhatnak, amelyek meghatározása nagy gyakorlati tapasztalatot igényel. Egyrészt szabványosított vagy ajánlott minta-előkészítési módszerek után a megfelelő kromatográfiás módszerrel végezhető el az elemzés. A tapasztalatok szerint mintegy 24 szénatom számig a gázkromatográfiás, 38 szénatom számig (13 gyűrű) a HPLC módszerek alkalmazhatók.

Az elemzések hatékonysága és érzékenysége jelentősen javítható a detektorok megválasztásával. A GC-MS (gázkromatográf-tömegspektrométer) vagy GC-MS-MS műszeregyüttesek a leghatékonyabbak az azonosítást és a mennyiségi meghatározást illetően. Pl. a PAH vegyületek mennyiségi meghatározására a folyadékkromatográfiás (HPLC, vagy HPLC-MS) elválasztás-fluoreszcenciás detektálás kedvező kimutatási képességgel bír, mivel a PAH vegyületek általában erősen fluoreszkáló jellegűek.

Az elválasztási módszerek mellett a szerves anyagok vizsgálatára a tömegspektrometriás (MS, Mass Spectrometry), és a mágneses módszerek (NMR, Nuclear Magnetic Renonance; ESR, Electron Spin Renonance) is elterjedtek.

2.3.3.5. Egyéb módszerek

Az egyéb vizsgáló módszerek közül felhasználják az egyszerű fizikai módszereket, így pl. szemcseanalízis, a sűrűség, a viszkozitás, a hővezetőképesség, a törésmutató mérését az anyagok minősítésére.

A szilárd anyagok alkotóinak meghatározása elvégezhető a klasszikus (titrimetriás) és műszeres analitikai módszerekkel (pl. elektrokémiai, optikai, termikus, stb.).

Első példa a szilárdanyag vizsgálatra

Ammónium-szulfát műtrágya összetételének ellenőrzését a következőképpen végeztük el. Az alkalmazott analitikai módszer egyedi eljárás a klasszikus analitikai vizsgálatok köréből. A homogenizált mintából bemértünk Kjeldahl lombikba 0,5051g légszáraz mintát, kb. 100cm³ desztillált vízben feloldottuk. Hozzáadtunk 1csepp narancs indikátort, és néhány szem forrkövet. Összeszereltük a Kjeldahl készüléket.

A desztillátum felfogására a 300cm³-es titrálólombikba 25,00cm³ 0,05mol/dm³ koncentrációjú (0,1N) kénsav-oldatot mértünk kalibrált pipettával és meghígítottuk kb. 50cm³-re desztillált vízzel, és 2-3csepp metilvörös-indikátort adunk hozzá. A szedőlombikot olyan magasra állítjuk, hogy a hűtőcső vége az oldatba merüljön, és majdnem leérjen az edény aljáig. A vízhűtő köpenyt gumicsővel összekötjük a vízcsappal és megindítjuk a vízáramot. Az adagolótölcsérbe 3-5cm³ 10m/m%-os nátrium-hidroxid-oldatot töltünk, majd óvatosan annyi lúgoldatot engedünk a lombik tartalmához, hogy az oldat lúgos kémhatású legyen. A lombikot gázlánggal melegítjük, és tartalmának felét ledesztilláljuk.

A lehűtött vörös színű oldatot karbonátszegény 0,1012mol/dm³ koncentrációjú) nátrium-hidroxid-mérőoldattal átmeneti színűre (hagymavörös) titráltuk, és a 14,93cm³ mérőoldat-fogyást jegyeztünk fel. A mérési módszer hibája, az RSD 0,5%. Adjuk meg a mérési eredmények és számításaink alapján az ammónium-szulfát műtrágya ammóniumion formában lévő nitrogén-tartalmát! Mr(N)=14.

Megoldás:

A meghatározás során sav-bázis titrálást alkalmaztunk, amikor is ismert térfogatú és ismert koncentrációjú kénsavba desztilláltuk a felszabaduló ammóniát, majd a felesleges kénsavat nátrium-hidroxid-mérőoldattal titráltuk vissza. A számítás a következő:

$$m/m\% = \frac{(25,00 * 0,05 * 2 - 14,93 * 0,1012) * 14 * 0,001 * 100}{0,5050} = 19,94$$

Értékelés: A 8/2001.(I.26.) FVM rendelet a termelésnövelő anyagok engedélyezéséről, tárolásáról, forgalmazásáról és felhasználásáról szóló rendelet szerint az ammónium-szulfát műtrágyának 20m/m% nitrogént (ammóniumion formában) kell tartalmaznia. A vizsgált készítmény **megfelel a rendelet előírásának**, mivel a mért és az előírt koncentráció közötti eltérés

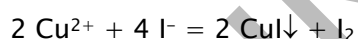
$$\text{eltérés, \%} = \frac{(20 - 19,94) * 100}{20} = 0,2; \text{ vagyis kisebb, mint } 0,5\%.$$

Második példa a szilárdanyag vizsgálatra

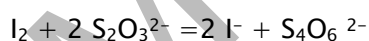
A kristályos réz-szulfát ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) előállításánál ellenőrzik a termék minőségét. A házi szabvány előírása szerint a technikai minőségű kristályos réz-szulfát hatóanyagtartalmának legalább 98%-nak, vagy nagyobbnak kell lennie. Megfelel-e a szabvány követelményének az a készítmény, amelyet a következők szerint vizsgáltunk meg: a réz-szulfát készítményből analitikai pontossággal lemértünk 2,5341g-ot és 100cm^3 -re oldottuk fel desztillált vízben. Ebből az oldatból $10,00\text{cm}^3$ -t vettünk ki és jodometriás módszerrel meghatároztuk a réz-szulfát tartalmát. A mérőoldat-fogyás $19,84\text{cm}^3$. A mérőoldat 0,0506 N töménységű nátrium-tioszulfát volt ($M_r(\text{Cu})=63,54$, $M_r(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=249,54$).

Megoldás:

A meghatározás alapját képező reakció a következőképpen írható fel:



A réz(II)-ionok mennyiségével egyenértékű jódot nátrium-tioszulfát mérőoldattal titráljuk meg:



A rézsulfát egyenértéktömege megegyezik a molekulatömegével.

$$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}, m/m\% = (19,84 * 0,0506 * 249,54 * 10 * 100) / 2534,1 = 98,86\%$$

Értékelés:

Az előállított termék $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -tartalma 98,9m/m%, $>98\text{m/m\%}$, tehát megfelel az előírt követelménynek

3. AZ ADATOK MEGFELELŐ DOKUMENTÁLÁSA, FELDOLGOZÁSA ÉS ÉRTÉKELÉSE, ALKALMAS SZEMÉLYI ÁLLOMÁNY ÉS SZERVEZET

A minőségellenőrző feladatokkal foglalkozó laboratórium olyan laboratórium, amely rendelkezik azokkal a személyi, szakmai és technikai (tárgyi) feltételekkel, amelyek alapján a laboratórium alkalmas adott szakterületen szabványos vagy egyedi módszerekkel történő mintavételi és vizsgálati feladat elvégzésére.

3.1. A mintavétel dokumentálása

Valamennyi mintavételi tevékenység során **mintavételi tervet** kell készíteni. A mintavételi tervnek az alábbiakat tartalmaznia kell, mely paramétereket részben előre, részben pedig a mintavétel helyén kell rögzíteni:

- A vizsgálat és a mintavétel célja
- A mintavételi stratégia leírása (információ a mintavételről és a vizsgálati programról)
- Megfelelő háttér információ a mintavételi helyről, környezetről, előzményekről
- A mintákból meghatározandó alkotók megnevezése
- A mintavételi hely(ek), típusok, a mintavétel gyakorisága, mintavételi térkép készítése
- Egyéb információk (pl. pH, hőmérséklet, időjárási körülmények, mélység, stb.)
- A mintavételi módszer részletes leírása
- A minták jelölése, dokumentálása, címkézése
- A minták előkezelése (pl. szűrés, savanyítás, oxidációt gátló adalékok hozzáadása, stb.)
- A minták csomagolása és tárolása, a mintatároló edények anyaga
- Annak biztosítása, hogy a minta ne szennyeződjön (pl. ne történjék adszorpció vagy reakció a mintagyűjtő berendezéssel, a minta továbbító vonala, stb.)
- A mintavétel személyi feltételei
- A mintavételi berendezések, azok kalibrálása és dokumentálása
- Az esetenkénti helyszíni vizsgálatok, mérések megadása

A mintavételt végző egység a mintavétellel kapcsolatos **minden szakmai információt** a mintavételi jegyzőkönyvben köteles rögzíteni. A mintavételi jegyzőkönyvnek legalább a következőket kell tartalmaznia:

- A mintát vevő egység neve, címe
- A mintavételt végző és/vagy megbízó neve, címe
- A mintavételi jegyzőkönyv egyedi azonosítója és a jegyzőkönyv oldalainak azonosítása
- A mintavétel ideje
- A mintavétel helye (a mintázott objektum megnevezése, ha indokolt helyszínrajz, térkép vagy fényképfelvétel mellékletként)
- A mintavétel módjának, folyamatának leírása, hivatkozással a mintavételi tervre
- A mintavétellel kapcsolatos minden olyan információ megadása, amely hatással lehet a vizsgálat eredményére (nyomás, hőmérséklet, esetleges meteorológiai viszonyok, stb.)

- A minta tulajdonságainak megadása
- A mintavételi berendezés megadása
- Az alkalmazott kísérő standardok megnevezése és mennyisége
- Az elsődleges minták, a párhuzamos minták és ellenminták számának, elhelyezésének megadása
- Az esetenkénti helyszíni vizsgálatok, mérések adatai
- A mintavételi jegyzőkönyv kiadásának időpontja
- A mintavételi jegyzőkönyv aláírására jogosult(ak) megnevezése és aláírása

3.2. A mérési jegyzőkönyv készítése

A gyakorlati munka fontos mozzanatait, adatait munkafüzetben, mérési jegyzőkönyv formájában rögzítjük, tehát **a mérési jegyzőkönyv dokumentum! Sohase készítsünk feljegyzést könnyen elveszíthető lapokra!** Munkanaplót célszerű nyalakú füzetben vezetni. *Ma a mindennapos számítógép használat idején, fontos figyelni arra, hogy a laboratóriumi körülmények használnak-e a számítógépünknek?* A füzet oldalait sorszámmal látjuk el. Az egyes feladatok leírását mindig páros sorszámú oldalon kezdjük. A páratlan sorszámú oldalon a meghatározás adatait, eredményeit rögzítjük.

Példaként egy klasszikus titrimetriás módszerre vonatkozó jegyzőkönyv készítését, annak tartalmát mutatjuk be.

A **páros sorszámú** oldalon felírjuk a feladat címét, a munka elvégzésének dátumát.

Ugyanezen az oldalon röviden ismertetjük a meghatározás főbb jellemzőit, tehát

- Milyen módszert választottunk
- Milyen mérőoldattal titrálunk
- Milyen indikátorral jelezzük a végpontot
- Milyen módszerrel készítjük elő a mintát a meghatározáshoz
- Milyen reagenseket adagolunk az oldathoz
- Milyen egyéb kísérleti körülményekről (pl. melegítés, várákozás stb.) gondoskodunk
- Felírjuk a meghatározás alapját képező reakció és végpontjelzés egyenletét
- Megadjuk a meghatározandó alkotó relatív atom-, ion- vagy molekulatömegét és kiszámítjuk az egyenértéktömeget

A **páratlan sorszámú** oldalon – a füzet jobboldala – rögzítjük azokat a számszerű adatokat, amelyeket a meghatározás során mérünk, és azokat is, amelyeket korábbi meghatározások eredményei közül felhasználunk (pl. a mérőoldat koncentrációja, a térfogatmérő edény kalibrált térfogata, stb.).

Oldatminta vizsgálata esetében feljegyezzük:

- A vizsgálatra kapott oldat teljes mennyiségéből készített törzsoldat térfogatát
- Az egy titráláshoz kimért oldat térfogatát
- A mérőoldat töménységét és faktorát
- A mérőoldat-fogyásokat

Szilárd halmazállapotú minta vizsgálata esetében feljegyezzük:

- A lemért anyagminta tömegét 0,1 mg pontossággal, megadva a mérlegelés részadatait is (pl. üres csónak tömege, csónak+anyag tömege, stb.)
- A minta oldásának módját, az oldószer minőségét, mennyiségét
- Az elkészített oldat összes térfogatát
- Az egy titráláshoz kivett minta térfogatát
- A mérőoldat koncentrációját
- A mérőoldat-fogyásokat

Az összes meghatározás eredményét kiszámítjuk, meghatározás végeredményeként a Q – próbával ellenőrzött eredmények számtani középértékét adjuk meg, pl. mg-ban. Ez az adat csak annyi számjegyet tartalmazhat, amennyit a meghatározás precizitása megenged. (pl. 981,2 mg, vagy 98,12 mg).

Az elkészített jegyzőkönyv a következő:

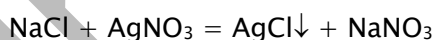
A füzet bal oldalán:

2010-07-15.

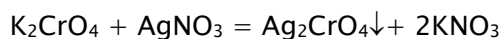
Ásványvíz kloridion-tartalmának meghatározása

A módszer elve: Közel semleges oldatban a kloridionok ezüst-nitrát mérőoldattal megtitrálhatók.

A titrálási reakció:



A végpontot kálium-kromát indikátorral jelezzük, melyből kb. 1 cm³-t kell az oldathoz adni. A végpontot az ezüst-kromát csapadék vörösbarna színének megjelenése jelzi. Az indikátor reakció:



Minta-előkészítés: Az ásványvizet szűrőpapíron szűrjük. A pH-ját megmérjük, szükség esetén szilárd kálium-hidrogén-karbonátot adunk hozzá, amíg a pH-ja 7-8 körül nem lesz. Szerezzünk információt a minta bromid- és jodidion-tartalmáról! Számítással döntsük el a csadékképződési állandók ismeretében, hogy zavarják-e a kloridionok meghatározását!

$$E(\text{Cl}^-) = A_r(\text{Cl}^-) = 35,46$$

Az eredményt 1 dm³ ásványvízre vonatkoztatva adjuk meg.

A füzet jobb oldalán:

Egy titráláshoz kivett minta térfogata: $100,52\text{cm}^3$

Titrlószer: $0,0515\text{ mol/dm}^3$ ($0,0515\text{ N}$) koncentrációjú AgNO_3 mérőoldat.

Mérőoldat-fogyások: a.) $15,25\text{cm}^3$ (hibás leolvasás)* $V_{\text{kor.}}^{**}\text{ cm}^3$

b.) $16,18\text{ cm}^3$	16,13
c.) $16,22\text{cm}^3$	16,16
d.) $16,25\text{cm}^3$	16,19

*utólagos megjegyzés

**a bűretta kalibrálás diagramja alapján

Számítás:

$$\text{mg Cl}^-/\text{dm}^3 = \text{fogyás} \cdot N \cdot E \cdot H = 16,12 \cdot 0,0515 \cdot 35,46 \cdot (1000/100,52) = 292,86$$

részeredmények b.) 292,86

c.) 293,59

d.) 294,13

átlag: 293,27

Az ásványvíz klorid-tartalma: $293,3\text{mg/dm}^3$.

Összefoglalás

A termék minőségellenőrzése arra irányul, hogy kielégítse az érdekelt felek követelményeit, amelyet a minőség-ellenőrzés hatékony módszereivel hajtunk végre. Ehhez szükséges:

A minőségi elvárások egyértelmű megfogalmazása

A reprezentatív mintavétel

Az alkalmas vizsgálati módszerek és eszközök biztosítása és megfelelő működtetése

Az adatok megfelelő dokumentálása, feldolgozása, értékelése

Alkalmas személyi állomány és szervezet

TANULÁSIRÁNYÍTÓ

1. Látogasson el a <http://www.tankonyvtar.hu/konyvek/kornyezettechnika> honlapra, ahol a mintavételi, vizsgálati módszerekről, technológiai folyamatokról olvashat!
2. Válasszon egy vegyipari terméket, pl. szuperfoszfát, és az interneten kereső programmal keresse meg a rendeleteket, vagy törvényeket, szabványokat, amelyek tartalmazzák a minőségi követelményeket!
3. A válasszon, vagy vásároljon egy vegyipari terméket, (pl. konyhasó, hypo, munkahelyén, gyakorlati helyén vizsgálja meg, hogy megfelel-e a követelményeknek, válassza ki a megfelelő analitikai módszert, végezze el az elemzést, a számítást, és hasonlítsa össze az eredményt a megadott értékekkel!
4. Környezetében gyűjtsön össze olyan a termékeket, amelyeknek a minőségét ellenőrizni tudja egyszerű módszerrel, pl. tömegméréssel állapítsa meg, hogy az Ön által vásárolt 10x1kg-os kiszerelésű VALAMI megfelel-e az elvárásoknak? Mind a 10 csomag valóban 1kg-e, mekkora mért és névleges érték közötti eltérés? Olvasson utána, mekkora eltérést enged meg a szabvány, vagy a vonatkozó előírás?
5. Tanulmányozza azokat a módszereket, amelyek az Ön munkahelyén, gyakorlati helyén előállított termékek minőségének vizsgálatára alkalmazhatók (pl. a fizikai és kémiai vizsgálati módszerek áttekintése)!
6. Tekintse át a környezetében alkalmazott a mintavételi módokat! Értékelje azokat, helyesen, az előírásoknak megfelelően történik a mintavétel?

ÖNELLENŐRZŐ FELADATOK

1. feladat

Definiálja a minőség fogalmát?

Handwriting practice area for the first task, featuring horizontal lines and a large diagonal watermark reading "MUNKANYAG".

2. feladat

Írja le, mi szükséges a minőség-ellenőrzés hatékony megvalósításához?

Handwriting practice area for the second task, featuring horizontal lines and a large diagonal watermark reading "MUNKANYAG".

3. feladat

Ismertesse, mire terjed ki a végellenőrzés, és mikor alkalmazzuk?

[illegible]

4. feladat

Adja meg a mintavételes ellenőrzés fogalmát?

MUNKKAAN

5. feladat

Foglalja össze a mintavétel ajánlott lépéseit!

6. feladat

Mutassa be a légszennyezők mintavételezésére szolgáló berendezés elvi vázlatát!



7. feladat

Írja le, milyen módszerekkel gyűjthetők össze a levegő szilárd halmazállapotú szennyezői!

8. feladata

Foglalja össze, milyen vizsgálati módszerek alkalmazhatók a levegő minőségének ellenőrzésekor!

9. feladat

Ismertesse a vízmintavételezés szempontjait!

10. feladat

Ismertesse a vízminta vevő és tároló edényekkel szembeni követelményeket!

Handwriting practice area for the 10th task, featuring horizontal lines and a large diagonal watermark reading 'MUNKANYAG'.

11. feladat

Sorolja fel a leggyakrabban alkalmazott vízvizsgálati módszereket!

Handwriting practice area for the 11th task, featuring horizontal lines and a large diagonal watermark reading 'MUNKANYAG'.

12. feladat

Sorolja fel a szilárd anyagok mintavételi stratégiájának jellemzőit!

Handwriting practice area for the 12th task, featuring horizontal lines and a large diagonal watermark reading 'MUNKANYAG'.

13. feladat

Ismertesse, milyen veszélyeket jelenthet a szilárd minták homogenizálásakor az őrlés, és a szitálás!

14. feladat

Sorolja fel, milyen modern módszerek alkalmazhatók a szilárd minták oldatba vitelére!

15. feladat

Sorolja fel, milyen módszereket használhatunk a szilárd minták morfológiai és ásványos fázisainak meghatározására!

16. feladat

Sorolja fel, milyen módszereket használhatunk a szilárd minták elemi összetételének meghatározására!

17. feladat

Ismertesse a szilárd minták szervesanyag-tartalmának meghatározására alkalmas módszereket!

18. feladat

A vízminta kálium-permanganát indexének (oxigénfogyasztásának, szervesanyag-tartalmának tapasztalati mérőszáma) meghatározása céljából 100cm^3 szűrt vízhez forrón $20,00\text{cm}^3$ $0,01\text{N}$ ($0,02\text{mol/dm}^3$) ($f=0,975$) kálium-permanganát-mérőoldatot, majd forralás után $20,00\text{cm}^3$ $0,01\text{N}$ ($0,05\text{mol/dm}^3$) ($f=1,041$) oxálsav-mérőoldatot adunk. A felesleges oxálsav-mérőoldat titrálására $16,41\text{cm}^3$ fenti kálium-permanganát-mérőoldat fogy. Számítsuk ki a vízminta oxigénfogyasztását! 1cm^3 $0,010\text{N}$ kálium-permanganát-mérőoldat $0,08\text{mg}$ oxigénnel egyenértékű. Az eredmény alapján minősítse a vizet!

19. feladat

Az üzembe beérkező, alapanyagként felhasználandó, ismeretlen töménységű sósavoldatból üveggömböcskébe 2,3347 g-ot mérünk. A mintát óvatosan átesszük 500cm³-es mérőlombikba, majd desztillált vízzel a lombikot jelig töltjük. Az oldat 25,00 cm³ térfogatú részletét 0,1N (0,1M) f=0,976 nátrium-hidroxid-mérőoldattal metilnarancs-indikátor jelenlétében megcitráljuk, a mérőoldat-fogyás 12,14 cm³. Hány m/m % a vizsgált sósavoldat töménysége? Mr(HCl)=36,46. Megfelel-e a tömény sósavval szembeni követelménynek, miszerint legalább 35m/m % sósavat kell a készítménynek tartalmaznia?

20. feladat

Egy nyomelemes folyékony műtrágya réztartalmának ellenőrzését atomabszorpciós módszerrel végeztük el. Az analitikai mérőgörbe készítésekor a táblázatban összefoglalt adatok álltak rendelkezésünkre.

Koncentráció, mgCu/dm ³	Abszorbancia
0,5	0,027
1,0	0,052
2,0	0,107
3,0	0,154
5,0	0,257

A mintából öt párhuzamos feltárást végeztünk, amikor a folyékony mintából 2,0cm³-t vettünk ki, majd salétromsav-hidrogén-peroxid keverékével elroncsoltuk. A roncsolás után a mintákat 100cm³-es mérőlombikba szűrtük, és ionmentes vízzel jelre egészítettük ki. Az analitikai mérőgörbéhez készített oldatok mérése után a minták abszorbanciáját is meghatároztuk, és rendre a következő értékeket jegyeztük fel: 0,104, 0,099; 0,095; 0,098; 0,095. Adja meg a minta réztartalmát, amelyet azután a terméket tartalmazó edény címkéjén is feltüntet!

MEGOLDÁSOK

1. feladat

Az ISO 9000 szabványsorozat a „Minőség egy termék, rendszer vagy folyamat saját jellemzői együttesének az a képessége, hogy kielégítse a vevők és más érdekelt felek követelményeit.” A minőség fogalma eszerint termékre, rendszerre vagy folyamatra vonatkozhat. A korábbiakhoz képest a változás mind térben, mind időben kiterjeszti a minőség értelmezését.

2. feladat

A minőség-ellenőrzés hatékony megvalósításához szükséges

- A minőségi előírások egyértelmű megfogalmazása
- A reprezentatív mintavétel
- Az alkalmas vizsgálati módszerek és eszközök biztosítása
- Az adatok megfelelő dokumentálása, feldolgozása és értékelése, alkalmas személyi állomány és szervezet

3. feladat

- A végellenőrzés kiterjed a termék minden olyan tulajdonságára, amely alapján a minőségre következtetni lehet
- A végellenőrzés során vett mintából helyes következtetést kell levonni a gyártott termékmennyiség minőségére vonatkozóan
- Erre az ellenőrzésre akkor kerül sor, ha a termék valamely gazdasági egység birtokából átkerül egy másik egység (pl. vevő) birtokába

4. feladat

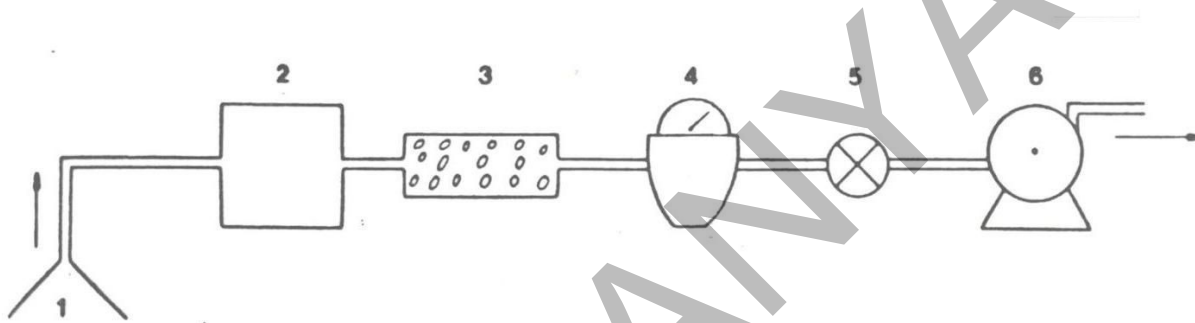
A **mintavételes ellenőrzés** elve azon a felismerésen alapul, hogy a termék valamely tételéből reprezentatív mintát kivéve, és azt az előírásoknak megfelelően ellenőrizve, a vizsgálati eredményekből következtetéseket lehet levonni a termékek összességének minőségi mutatóira. A **véletlenszerű mintavételezés**kor a gyártott darabok, tételek bizonyos részét (pl. 10%-át) vizsgálják meg. A tétel nagyságát általában tetszőlegesen határozzák meg. Ha túl sok darabot, tételt ellenőriznek – az költséges, ha túl keveset ellenőriznek, akkor hibás tétel kerülhet a következő munkaműveletbe, vagy a vevőhöz. A **statisztikai mintavételes** ellenőrzés módszereit a matematikai statisztika alapjaira támaszkodva dolgozták ki, és viszonylag kisszámú minta vizsgálati eredményéből vonnak le következtetéseket a matematikai statisztikai módszerek segítségével a nagyszámú sokaságra vonatkozóan.

5. feladat.

A mintavételnél ajánlott lépések:

- 1. Homogenizálás: kis anyagmennyiségek esetén ez megoldható, nagy tömegű mintázandó anyag esetében nem gazdaságos
- 2. Statisztikai módszerrel a mintázandó tömeget megfelelő számú és gondosan megválasztott helyű lokális mintavételi helyre osztjuk fel, s az azokból vett mintákat összegyűjtjük, homogenizáljuk, ebből mintákat veszünk, így csökkentjük a minta tömegét, homogenizálás után ismét csökkentjük a minta mennyiségét

6. feladat



7. ábra. Légszennyezők mintavételére szolgáló berendezés vázlatos összeállítása: (1) levegő bevezetés; (2) elválasztás és koncentráció; (3) szivattyút védő egység; (4) áramlás mérő; (5) áramlás szabályozó; (6) szivattyú.

7. feladat

Ülepedő porminta vevővel, aeroszol részecskéket különböző szűrőkön, méret szerint elválasztott aeroszol részecskék kaszkád impaktorral.

8. feladat

Tömegmérés, optikai és elválasztási módszerek, bakterológiai és allergén pollenek vizsgálata, real time monitorok kén-dioxid, nitrogén-oxidok, ózon, porfrakció, szerves anyagok meghatározására, nyílt, hosszú fényutas spektroszkópia ózon, nitrogén-oxidok, formaldehid, stb. meghatározására.

9. feladat

A mintavételt úgy kell elvégezni, hogy

- A begyűjtött minta jellemző legyen az egész víztömegre (reprezentatív mintavétel)
- A vízminta összetétele ne változzon meg az elemzés befejezéséig (szakszerűen vett minta)

E két alapvető követelmény kielégítése körültekintő munkát igényel, ezért mintavétel előtt meg kell fogalmazni

- A vizsgálat célját
- A minták kezelési módját, és
- Az adott alkotók meghatározására alkalmazandó analitikai módszert

10. feladat

Követelmények a mintavételi és tároló edénnyel szemben:

- Az edényeket különös gonddal kell kitisztítani, a belső felületről szennyező anyag nem kerülhet a mintába
- Műanyag edényből szerves anyagok (lágyítók), üvegből szilícium, nátrium és egyéb fémek kerülhetnek a mintába, és ezzel elszennyeződik a minta
- Nyomnyi mennyiségű fémek adszorbeálódhatnak az üveg felületén, és szerves alkotók kötődhetnek meg a műanyag edények belső falán
- A minta valamely alkotója reagálhat az edény anyagával, pl. fluoridion az üveggel

11. feladat

Titrimetria, konduktometria, potenciometria, spektrofotometria, atomspektroszkópiai és elválasztási módszerek.

12. feladat

Mintavételi stratégia a következő:

- Véletlenszerű mintavétel; a szilárd anyag kémiai összetételéről semmilyen ismeretünk nincs. Először kijelöljük a mintavételi pontokat, majd általunk megválasztott számú mintát gyűjtünk
- Statisztikusan véletlenszerű mintavétel; a nem véletlenszerűen heterogén területek izolálása után az egyes elkülönített részekből egyszerű véletlenszerű mintavétellel gyűjtünk vizsgálati anyagot. Előzetes ismeretekre szükség van
- Szisztematikus véletlenszerű mintavétel; akkor használható, ha a vizsgálandó anyaghalmoz elrendezése véletlenszerű. Az első mintát véletlenszerűen választjuk ki a halmazból, míg a következő mintákat adott hely vagy idő függvényében gyűjtjük
- Hivatalos személy által vett minta (célzott mintavétel); a nem véletlenszerűen elrendezett halmazból olyan személy vesz mintát, aki előzetes ismeretekkel bír a kémiai összetételt illetően

13. feladat

Az őrlés (pl. kemény anyagoknál az őrlő berendezés kopásától) és a szitálás (pl. nedves szitálással rézsztán) műveletek elszennyeződhet a minta, amit a vakpróbával nem tudunk figyelembe venni.

14. feladat

Erős savakkal és savkeverékekkel nagynyomású (HPA), mikrohullámú (MW), hidegplazmás feltárási berendezésekben, és infravörös hamvasztókban.

15. feladat

Morfológiai vizsgálat elektronmikroszkópiával, az ásványos fázisok por-röntgendiffrakcióval.

16. feladat

Atomabszorpciós és atomemissziós módszerekkel.

17. feladat.

Elválasztási módszerekkel.

18. feladat

$O_2 \text{ mg/dm}^3 = (36,41 \cdot 0,01 \cdot 0,975 - 20,00 \cdot 0,01 \cdot 1,041) \cdot 8 \cdot 10 = 11,74$; a víz nem ivóvíz minőségű, emberi fogyasztásra alkalmatlan, mert a megengedett 5 mg/dm^3 oxigén helyett a kálium-permanganát index $11,74 \text{ mg/dm}^3$.

19. feladat

$$\text{HCl mg/500 cm}^3 = 12,14 \cdot 0,1 \cdot 0,976 - 36,46 - (500/25) = 864,0$$

$$\text{HCl m/m\%} = (0,864 \cdot 100) / 2,3346 = 37 \text{ m/m\%}$$

A sósav koncentrációja $37 \text{ m/m\%} > 35 \text{ m/m\%}$, tehát megfelel a követelménynek.

20. feladat

Az analitikai mérőgörbe egyenlete: $A = 0,0513 \cdot c + 0,0012$

Az analitikai mérőgörbe határozottsági foka: 0,9997

Az ismeretlen mintára a mért és számított adatokat az alábbi táblázat tartalmazza:

Mérések sorszáma	Abszorbancia	A hígított oldat Cu-	Az eredeti minta Cu-
------------------	--------------	----------------------	----------------------

		tartalma, mg/dm ³	tartalma, mg/dm ³
1.	0,104	2,062	100,2*
2.	0,099	1,906	95,3
3.	0,095	1,828	91,4
4.	0,098	1,887	94,4
5	0,095	1,828	91,4
Átlag	–	–	94,5
Szórás (RSD%)	–	–	3,6 (±3,8%)

*hibás eredmény (Q-próba alapján)

IRODALOMJEGYZÉK

FELHASZNÁLT IRODALOM

201/2001.(X.25.) Kormányrendelet az ivóvíz minőségi követelményeiről és az ellenőrzés rendjéről

27/2005.(XII.6.) KvVM rendelet a használt és szennyvizek kibocsátásának ellenőrzésére vonatkozó részletes szabályokról

8/2001.(I.26.) FVM rendelet a termelésnövelő anyagok engedélyezéséről, tárolásáról, forgalmazásáról és felhasználásáról

Barótfi István (szerkesztő): Környezettechnika, Környezet-Technikai Szolgáltató Kft., Budapest, 1991 (ISBN 963 02 9031 6)

Clesceri L. S., Greenberg A. E., Trussel R. R., Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. (Víz és szennyvíz vizsgálata standard módszerekkel) American Public Health Association, Washington, DC USA, 1989

Donard, O. F. X., Ritsema, R. Hyphenated techniques applied to the speciation of organometallic compounds in the environment, (Csatolt technikák környezeti minták szerves fémkomplexei fizikai-kémiai formájának meghatározására), Barcelo, D., Ed. Environmental Analysis, Techniques, Applications and Quality Assurance, Elsevier, Chapter 16, 1993.

Földiné Polyák Klára (szerkesztő): Analitikai laboratóriumi gyakorlatok 1. Klasszikus és gravimetriás módszerek), Veszprémi Egyetemi Kiadó, Veszprém, 2005.

Gilbert, O. R., Statistical Methods for Environmental Pollution Monitoring, (A környezeti szennyezés megfigyelésének statisztikai módszerei) Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1987

Hester R. E., Understanding Our Environment. (Környezetünk megértése) The Royal Society of Chemistry, Burlington House, London, 1986

Horwitz, W., Nomenclature for Sampling in Analytical Chemistry, (Recommendations 1990), (A mintavétel nevezéktana az analitikai kémiában, Ajánlások) IUPAC, Pure Appl. Chem, 62 (6) 1193–1208, 1990

<http://193.224.76.4/dowland/konyvtar/digitgy/20222/vszt/turcsanyi.html> (2010-07-15)

<http://mmfk.nyf.hu/min/alap/15.htm> (2010-07-15)

http://www.hu.sgs.com/hu/food_quality_control_outsourcing (2010-07-15)

<http://www.tankonyvtar.hu/konyvek/kornyezettechnika> (2010-07015)

http://www.zoldelleto.hu/minositesi_rendszer (2010-07-15)

Inczédy J., Folyamatos és automatikus analízis. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1984

Lodge J.P., Methods of Air Sampling and Analysis. (Levegő mintavételi és analitikai módszerek) Ed. Lewis Publisher, hlc. Michigan, USA, 1989

Ure, A. M., Quevauviller, Ph., Muntau, H., Griepink, B. Speciation of heavy metals in soil and sediments, (Talajban és üledékben lévő nehézfémek fizikai-kémiai formájának meghatározása), Intern. J. Environ. Anal. Chem. 51, 135-151, 1993

AJÁNLOTT IRODALOM

http://tgyi.fmk.nyme.hu/fileadmin/dokumentumok/fmk/tgyi/minoseg_iranyitas_2008/Min_s_g_1KZS.pdf (2010-07-15)

<http://www.petriktiszk.hu/Dokumentumok> (2010_07:15)

<http://androgogus.hu> (2010-07-15)

http://www.itb.hu6ajanlasok/a9/html/a9_2-4 (2010-07-15)

A(z) 2068–06 modul 003–as szakmai tankönyvi tartalomeleme
felhasználható az alábbi szakképesítésekhez:

A szakképesítés OKJ azonosító száma:	A szakképesítés megnevezése
54 524 02 0001 54 04	Vegyipari minőségbiztosítási technikus

A szakmai tankönyvi tartalomelem feldolgozásához ajánlott óraszám:
20 óra

MUNKANYAG

MUNKANYAG

A kiadvány az Új Magyarország Fejlesztési Terv
TÁMOP 2.2.1 08/1–2008–0002 „A képzés minőségének és tartalmának
fejlesztése” keretében készült.

A projekt az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap
társfinanszírozásával valósul meg.

Kiadja a Nemzeti Szakképzési és Felnőttképzési Intézet
1085 Budapest, Baross u. 52.

Telefon: (1) 210–1065, Fax: (1) 210–1063

Felelős kiadó:
Nagy László főigazgató