

## ANALIZNA KEMIJA-ODGOVORI NA VPRAŠANJA

### 1.1 Kaj je naloga analizne kemije in kakšen je njen pomen za družbo?

Naloga analizne kemije je, da razvija in uporablja metode, instrumente in pristope, s pomočjo katerih pridobi informacijo o sestavi in naravi snovi v prostoru in času.

Pomen anal. Kem. za družbo:

- ZRAK, VODA (*onesnaženost, oporečnost, ...*)
- KRIMINAL (*okolščine, ...*)
- ŠPORT (*poživila, ...*)
- HRANA (*prisotnost škodljivih snovi v hrani-bromatološka analiza, ...*)
- UMETNIŠKA SLIKA (*pigmenti, originalnost, ...*)
- ARHEOLOŠKE NAJDBE (*izvor, starost, poreklo, ...*)
- MEDICINA (*kliničnokemične raziskave, biokemične raziskave, ...*)
- AVTOMOBILIZEM (*izpuh, ...*)

### 1.2 V katere podvrste lahko razdelimo analizo kemijo:

- glede na material, ki ga analiziramo (*analiza: zraka, vode, hrane, biološkega materiala, ...*)
- glede na področje, ki mu je analiza namenjena (*ekološka, bromatološka, biokemična analiza.*)
- glede na vrsto specij, ki jih določamo (*ionska analiza, anorganska oz. organska analiza, elementna analiza, plinska analiza, izotopska analiza, ...*)
- glede na vrsto vprašanja, ki ga želimo rešiti (*kaj\* , približno koliko\* , koliko\**)?  
\*kvalitativna an.    \*semikvantitativna an.    \*kvantitativna an.
- glede na obsežnost analize (*celovita, delna analiza*)
- glede na koncentracijsko raven sestavin, ki jih določamo (*določevanje makrokomponent, določevanje mikrokomponent, določevanje sestavin v sledovih*)
- glede na količino vzorca, ki ga potrebujemo (*makro izvedba, semimikro izvedba, mikro izvedba*)

### 1.3 Katere zmožnosti mora predvsem imeti kemik-analitik?

Kemik mora imeti: -zmožnost reševanja problemov

- pregledno znanje o analiznih metodah in instrumentih
- iznajdljivost
- zmožnost delovanja v skupini
- obvladanje problema »neznane« vzorca

### 1.4 Med katerimi tremi parametri mora kemik analitik v vsakem trenutku znati poiskati kompromis?

- Poiščite primere, pri katerih ima posamičen parameter največji pomen.
- Opišite, kako so ti trije parametri med seboj povezani oz. soodvisni.

Znati mora iskati kompromis med: -kakovostjo rezultata (*železarna-odstotek železa v rudi*)

- ceno storitve (*manj pomembne analize*)
- časom za odgovor (*medicina-urgenca*)



-etični vidik

-(ne)destruktivna metoda

-Potrebne informacije dobimo pri naročniku in analiznem vzorcu.

## 1.8 Iz česa pri celovitem analiznem procesu izhaja izbira postopka in kaj vse na izbiro vpliva?

Izbira postopka izhaja iz lastnosti vzorca.

Na izbiro postopka vplivajo: -vrsta specij (ionska, anorganska, ...)

-koncentracijska raven (makro, mikro komp., sest. v sledovih)

-vrsta vprašanja (kvalitativna, semikvantitativna, kvantitativna)

-obseg analize (celovita/delna)

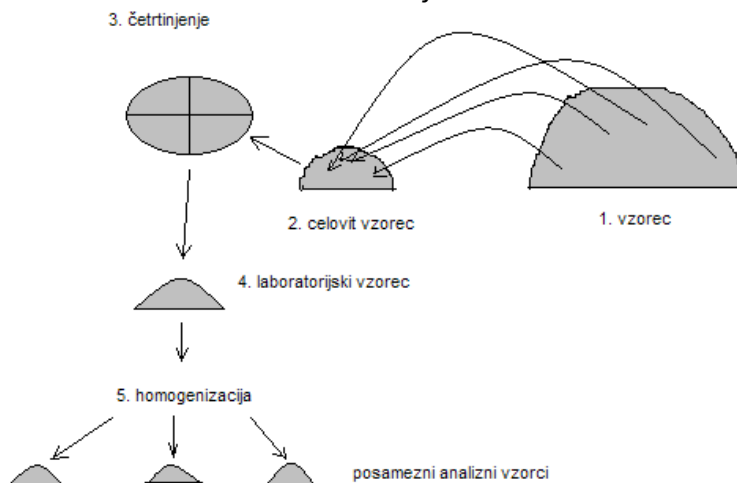
### 1.9.1 Opredelite pomen in stopnje vzorčenja.

**Pomen vzorčenja** je dobiti reprezentativen; povprečen vzorec, ki odraža dejansko stanje tistega, kar vzorčimo.

**Stopnje vzorčenja:**

-da je vzorec homogen, vzorčimo na različnih mestih

-ne sme priti do sekundarne kontaminacije



### 1.9.2 Kakšen je pomen embalaže pri vzorčenju? Navedite nekaj primerov nepravilne izbire embalaže za vzorčenje.

**Embalaža mora biti primerna glede na:** -agregatno stanje vzorca

-količino vzorca

-kemijsko sestavo vzorca

Embalaža ne sme povzročiti sekundarne kontaminacije vzorca.

**Primeri nepravilne izbire embalaže:**

-močno bazičen vzorec v stekleni embalaži

-embalaža iz polimernega materiala (nevarnost nepopolne polimerizacije embalaže)

-uporaba steklene embalaže, kadar je čiščenje problematično

### 1.9.3 Kako vzorec pravilno označimo?

**Označitev:** -čas odvzema  
-kraj odvzema  
-oznaka  
-namembnost; določitev

### 1.9.4 Kakšen mora biti vzorec?

**Vzorec mora biti prilagojen analizni metodi; in sicer:** -po agregatnem stanju  
-po koncentracijski ravni

### 1.9.5 Pri katerih snoveh (agregatno stanje) je najtežje doseči homogenost in kako to vpliva na rezultat analize?

Homogenost je najtežje doseči pri snoveh, ki so v trdnem agregatnem stanju. Če vzorec ni reprezentativen-homogen obstaja verjetnost, da rezultat analize ni točen.

### 1.9.6 V čem je razlika med celovitim vzorcem, laboratorijskim vzorcem in analiznim vzorcem? Razlike med navedenimi tremi vrstami vzorcev pojasnite na primeru.

**-Celoviti vzorec:** predstavlja vzorce, odvzete na različnih mestih preiskovane snovi  
**-Laboratorijski vzorec:** je homogeniziran celoviti vzorec/celoviti vzorec po četrтинjenju  
**-Analizni vzorec/vzorci:** laboratorijski vzorec po homogenizaciji in v ustrezni količini

**Primer:** Železarno zanima, kolikšen je odstotek železa v rudi na nekem nahajališču.

1. **celoviti vzorec** (manjša količina rude iz nahajališča) mora biti homogen, torej vzorčimo na različnih mestih na nahajališču. Vzorce nato združimo v celoviti vzorec.
2. **laboratorijski vzorec** smo dobili potem, ko smo celoviti vzorec četrтинili.
3. **analizni vzorec** smo dobili po homogenizaciji laboratorijskega vzorca.

### 1.9.7 Kako po odvzemu vzorca preprečimo nezaželene spremembe v sestavi? Poimenujte to operacijo in navedite konkretne primere.

Nezaželene spremembe v sestavi vzorca preprečimo s **konzerviranjem**. Uporabimo konzervans-kemijski dodatek.

**Primer:** -v biološki vzorec dodamo bakrove ione, ki so bakteriocidni

### 1.9.8 Zakaj se mora tisti, ki bo opravil analizo, vselej seznaniti s potekom vzorčenja in vsemi stopnjami, ki so temu sledile?

Zato, ker mora kemik analitik obvladati problem »neznane vzorca«. Videti mora zapisnik o odvzemu: čas in kraj odvzema, pogoji ob odvzemu vzorca, pH, vremensko obdobje, ...)

### 1.10 Navedite zahteve za transport in shranjevanje vzorcev.

Sestava vzorca se ne sme spremeniti, zato vzorec hladimo ali zamrznemo. Analizo opravimo čim prej.

### 1.11 Kaj moramo zagotoviti v postopku priprave vzorcev?

Zagotoviti moramo prilagoditev vzorca analizni metodi.

**Vzorec moramo prilagoditi po:** -agregatnem stanju  
-koncentracijski ravni

### 1.12 Pojasnite pojme obogatitev vzorca, matriks, separacija vzorca, interferenca in maskiranje.

**Obogatitev vzorca** → zvišanje koncentracije (koncentriranje) → oborevanje-filtriranje-snov ponovno raztopimo v primerni količini topila.

**Matriks** → matriks je vse, kar ni cilj analize, pa je v vzorcu vsebovan in moti rezultate analize.

**Separacija vzorca** → s separacijsko metodo odstranimo interferenco (npr.: če je sulfidni ion moteč, ga odstranimo z odhlapevanjem).

**Interferenca** → moti analizni proces-rezultat.

**Maskiranje** → sestavino lahko maskiramo (naredimo jo inertno), da ne moti postopka.

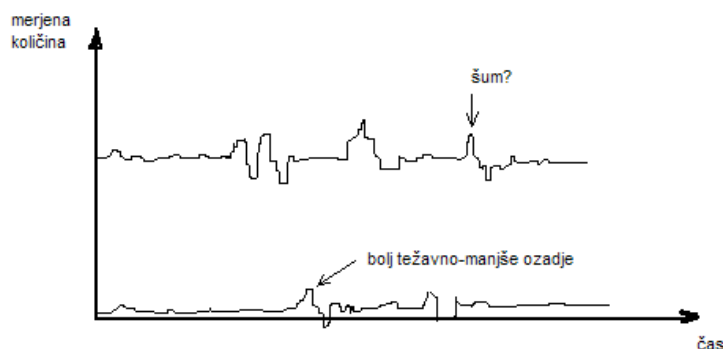
### 1.13 Pojasnite pojme kalibracija, slepa, signal in šum.

**Kalibracija** → umerjanje ; merjena količina dobi nek analizni pomen.

**Slepa** → ?

**Signal** → merjena količina, ki odraža prisotnost količine, ki jo določamo.

**Šum** → motnja-ozadje signala.



### 1.14 Kaj sodi k vrednotenju rezultatov?

## **Matematično vrednotenje, statistično vrednotenje, kemometrično vrednotenje.**

*Samodejno v analiznem procesu  
(ni vpogleda v surove merilne vrednosti)*

### **1.15 Kaj je cilj poročila o analizi, na kaj mora le-to odgovoriti?**

**Poročilo o analizi:** izvid+ekspertno poročilo+razlaga rezultata. Cilj je obrazložitev rezultata.

Odgovoriti mora na zastavljeno (naročnikovo) vprašanje.

### **1.16 Kakšne so zahteve glede dokumentiranja rezultatov?**

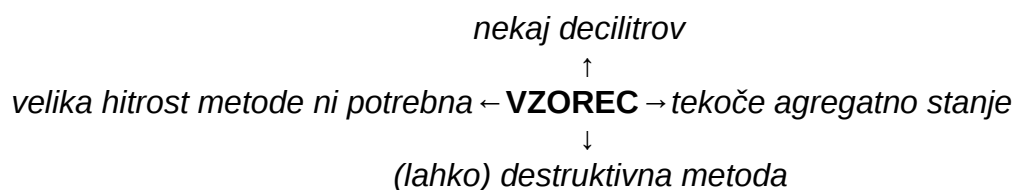
Dokumentacija mora zagotavljati sledljivost celotnega postopka.

### **1.17 Zamislite si realen problem in zanj sestavite shemo celovitega analiznega procesa.**

Zanima nas, če je neki izvir mineralne vode primeren za komercialno uporabo. Če je, bo morala kemijska analiza dati rezultat, ki bo pokazal, da vsi parametri (ionska sestava...) ustrezajo predpisom, ki so določeni za takšen proizvod (npr. Donat Mg).

**Shema c.a.p.:**

**1. splošno definiranje problema:** ali je voda iz izvira primerna za komercialno uporabo?



**2.sestava:** -vrsta specij → ionska sestava

-koncentracijska raven → sestavine v sledovih

-vrsta vprašanja → kvalitativna in kvantitativna

↓ -obseg analize → delna

Želimo opraviti celovito analizo mineralne vode (ionska sestava, šibki elektroliti, kovinski ioni v sledovih, onesnaževala).

**3.Izbira analiznih metod in postopkov:** Rabimo (destruktivno) mulielementno kvalitativno in kvantitativno metodo za določevanje sestavin v sledovih.

**4. Odvzem vzorcev:** -vzorčimo v različnih vremenskih pogojih in letnih časih → homogen vzorec

-homogenizacija

- embalaža → steklena
- označitev (čas, kraj odvzema, oznaka, namembnost)
- zapisnik o odvzemu

#### 5. Transport

#### 6. Priprava vzorca za analizo

#### 7. Meritev/določitev/analiza

#### 8. Vrednotenje rezultatov

#### 9. Oblikovanje sklepov

#### 10. Odgovor na zastavljeno vprašanje: ali voda iz izvira ustreza za komerc. namene: **Da/ne.**

### 1.18 Oblikujte stavke, v katerih boste pravilno uporabili izraze: meritev, določitev in analiza.

Izvedli bomo **meritev volumna** vzorca. **Določili** bomo **koncentracijo** Na<sup>+</sup> ionov. **Analizirali** bomo **biološki** vzorec.

### 1.19 Katera glavna vidika presojava, ko izbiramo analizno metodo? Kaj vključuje prvi in kaj drugi?

Presojamo med **kakovostjo rezultata** in **časom za odgovor**.

Prvi vključuje obsežnost analize: -celovita

-delna

Drugi vključuje hitrost oziroma zmogljivost metode.

#### 1.20 Pojasnite pomen pojmov:

-**občutljivost metode** → presojava na osnovi smernega koeficienta-večji, ko je bolj je metoda občutljiva

-**pravilnost** → ujemanje merjenih vrednosti s pravo-sprejeto vrednostjo

-**ponovljivost** → medsebojno ujemanje ponovitev

-**meja zaznavnosti** → (LOD-limit of detection je/ni zaznavno; gre za pravilno presojanje, ali je neka snov prisotna ali je šum (koliko najmanj lahko zaznamo, da je še zanesljivo)  $Y_{LOD}=Y_{SL}+3S_{SL}$

-**meja določljivosti** → (LOQ-limit of quantitation) je višja od meje zaznavnosti  $Y_{LOQ}=Y_{SL}+10S_{SL}$

-**dinamično območje** →

-**selektivnost** → določamo neko sestavino, druge pa ne motijo (pod določenimi pogoji-c, T, γ,...)

-**odklon merilnih vrednosti** → (BIAS) metoda daje v celem merilnem območju previsoke ali prenizke rezultate (grafično; Y-os=m.k. del. ; X-os=m.k. ref. Če K=1 ni odklona)

### 1.21 V katere smeri se bo v prihodnje razvijala analizna kemija?

### 2.1 Kaj vse moramo navesti, da rezultat analize pravilno podamo? Katera pravila moramo upoštevati?

Rezultat analize je pravilno podan, ko navedemo:

-**analizni sistem**-vzorec

-**količino** (fizikalno); **simbol** (v indeksu podamo komponento)

**-številčni del** (signifikantna stat. pomembna mesta)

**-zanesljivost rezultata** (signifikantna stat. pomembna mesta)

**-enota**

Primer:  $C_{Cl^-} = 102 \text{ mmol/L}$

Pravila: -zaokroževanje na najbližje sodo število

-prvo nezanesljivo mesto je zadnje signifikantno mesto