

MERITVE V DELOVNEM OKOLJU

UVOD
(M. Veber)

VSEBINA

- Teoretske osnove metod, s katerimi kvalitativno in kvantitativno ovrednotimo sestavo okoljskih vzorcev, ter tistih, ki omogočajo stalen monitoring delovnega okolja.
- Nekateri praktični vidiki meritev kemijskih parametrov v delovnem okolju

Teme:

- Klasifikacija instrumentalnih analiznih metod, njihove značilnosti in omejitve ter osnovni principi;
- Osnove instrumentacije;
- Osnove elektrokemijskih metod, potenciometrija, voltametrične metode, elektrokemijski senzorji in detektorji.
- Spektroskopske analizne metode: UV-VIS spektrofotometrija, atomska spektrometrija, masna spektrometrija, IR spektroskopija, laserske analizne metode, senzorji na osnovi spektroskopskih tehnik.
- Separacijske metode v kemijski analizi; pregled in osnove separacijskih postopkov, ekstrakcijske metode, kromatografske in elektroforetske metode, miniaturizacija separacijskih metod.

Teme (nadalj.):

- Vzorčenje plinskih, tekočih in trdnih vzorcev; priprava vzorcev (skladiščenje, absorpcija, adsorpcija, ekstrakcija, raztapljanje, razkroj);
- Metode za določanje in monitoring škodljivih snovi v delovnem okolju, kontinuirni merilniki onesnažil, določevanje aerosolov, trdnih delcev, prahu, določevanje z absorpcijskimi in difuzijskimi ter Drägerjevimi cevkami;
- Metode za določanje in monitoring škodljivih snovi v vodah in trdnih vzorcih, hitri testi za določanje škodljivih snovi, metode določanja organskih snovi v vodah in trdnih snoveh;
- Senzorji in merilniki pH, senzorji in merilniki temperature in vlažnosti v delovnem okolju;
- Vrednotenje analiznih rezultatov; statistične metode v analizi kemiji; napake, regresija in korelacija, zagotovitev kvalitete analiznega postopka.

Literatura:

D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Holler: Analytical Chemistry, an introduction, Saunders College Publ.
D. C. Harris Quantitative Chemical Analysis, (5thedition) W. H. Freeman N.Y, 2000, 899 str. (30%)
Kebbekus, B. B., Mitra, S., 1998. Environmental Chemical Analysis, Blackie Academic & Professional, London, 330 str. (30%)

Ostalo:
ANNEX 5 (DIRECTIVE 2000/39/E) MEASUREMENT METHODS FOR CHEMICAL AGENTS IN THE LIST OF INDICATIVE LIMIT VALUES (slovenski prevod!)

P R A V I L N I K
o dopolnitvah Pravilnika o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti kemičnim snovem pri delu <http://www.uradni-list.si/1/content?id=80759>

P R A V I L N I K
o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti rakotvornim ali mutagenim snovem <http://www.uradni-list.si/1/objava.jsp?urlid=200575&stevilka=3346>

Literatura:

- <http://www.fkkt.uni-lj.si/si/?112>
- E-učilnica

MERITVE V KEMIJI:

- KARAKTERIZACIJA SNOVI
- DOLOČEVANJE ANALITOV V RAZLIČNIH VZORCIH

- Področje kemije, ki obravnava meritve v kemiji- ANALIZNA KEMIJA

Problem

Zagotavljanje skladnosti s predpisi:

- Pravilnik o varovanju delavcev pred tveganji zaradi izpostavljenosti kemičnim snovem pri delu

Št.	Snov	CAS št.	EC št.	Razvrstitev			Mejne vrednosti			Op.	
				R	M	Re	mg/m ³	ml/m ³ (ppm)	KTV		
1	2	3	4	5			6	7	8	9	
1	acetaldehid (etanal)	75-07-0	200-836-8	3				91	50	1	
2	o-acetilsalicilna kislina	50-78-2	200-064-1					5 (l)			
3	aceton	67-64-1	200-662-2					1210	500		BAT, EU
4	acetonitril (cianometan)	75-05-8	200-835-2					70	40		K, EU

KTV – kratkotrajna vrednost podaja večkratnik mejne vrednosti

ANALIZNA KEMIJA

Del kemije, ki obravnava separacije, identifikacije in določitev posameznih komponent v vzorcu.

Vključuje tudi obravnavo kemijskih ravnotežij in uporabo statističnih metod pri obravnavi rezultatov.

ANALIZNA KEMIJA

Opredelevanje in preiskava snovi

- ELEMENTNA ANALIZA
- ANALIZA FUNKCIONALNIH SKUPIN
- UGOTAVLJANJE STRUKTURE
- IDENTIFIKACIJA SNOVI

DOLOČEVANJE ANALITOV V RAZLIČNIH VZORCIH (OSNOVAH)

ANALIZNA KEMIJA

PODROČJA:

- kontrola snovi in proizvodov
- razvoj novih materialov in tehnologij
- osnovne raziskave v naravoslovju
- farmacija
- klinična kemija
- **OKOLJE**
- naravno okolje- onesnaženost okolja
- delovno okolje- varstvo pri delu
- biotehnologija
- geologija
-

Okoljski problemi in analizna kemija

- Vode (kovine, pesticidi, organske snovi- npr. ftalati)
- Zrak (SO₂, N- oksidi, organske spojine,...)
- Zemlja (kovine, pesticidi, ...)
- Hrana (konzervansi, dodatki, amini....)

Snovi, ki jih moramo določati v naprej niso znane (neciljana analiza)!

Delovno okolje in analizna kemija

- Specifični problemi:
- Hlapne organske spojine (topila)
- Prašni delci (azbest!, kovine)
- Jedke tekočine (kisline, baze)
- Kovine (Cr – tekstilna industrija, Pb, Cd, Tl metalurgija)
- Substance, ki jih moramo določevati so ponavadi znane! (ciljana analiza!)

ANALIZNA KEMIJA

Analizno kemijo lahko razdelimo na dve področji:

- **KVALITATIVNA ANALIZA**

Odgovor na vprašanje: »Katere komponente (analiti) so v vzorcu?«

- **KVANTITATIVNA ANALIZA**

Odgovor na vprašanje: »Koliko posamezne komponente (analita) je v vzorcu?«

Analizna kemija vključuje tudi obravnavo kemijskih ravnotežij in uporabo statističnih metod pri obravnavi rezultatov.

KVANTITATIVNA ANALIZA

- Popolna analiza (določitev vseh komponent)
- Delna analiza (določitev komponente, ki nas zanima)

- Npr.
- Določitev kovin v prašnih delcih
- Določitev PCB v krvi
- Določitev svineca v pitni vodi
- Določitev težkih kovin v urinu

ANALIZNA KEMIJA

Nekater metode analize kemije so primerna orodja za kvalitativno analizo, druge za kvantitativno analizo. Redke ustrezajo obema zahtevama!

Primer: določevanje organskih onesnažil:
GC/MS (kvalitativna in kvantitativna informacija)
Tehnika vključuje separacijsko tehniko (plinska kromatografija) in spektroskopsko tehniko za identifikacijo in kvantifikacijo.

DELITEV ANALIZNIH METOD GLEDE

NA:
-KONCENTRACIJO

GLAVNE SESTAVINE	100% - 1%
PRIMESI	1% - 0,1%
SLEDOVI	pod 0,01%
MIKROSLEDOVI	10^{-4} - 10^{-7} %
NANOSLEDOVI	10^{-7} - 10^{-10} %
PIKOSLEDOVI	10^{-10} - 10^{-13} %

DELITEV ANALIZNIH METOD GLEDE

NA:
MASO VZORCA

• MAKRO ANALIZA	1,0 - 0,1 g
• MEZO ANALIZA	0,1 - 0,01 g
• MIKRO ANALIZA	0,01 - 0,001 g
• SUBMIKRO ANALIZA	10^{-3} - 10^{-4} g
• ULTRAMIKRO ANALIZA	$< 10^{-4}$ g

- Primera:
- Makro analiza sledov (določevanje kovin v zemlji; določevanje Pb v zemlji)
- Mikro analiza sledov (določevanje kovin v bioloških vzorcih; npr določevanje Pb v jetrih)

ANALIZNA KEMIJA

- **TEHNIKA** - samostojen merski princip
- **METODA** - skupina analiznih postopkov, ki temeljijo na danem merskem principu
- **POSTOPEK** - definirana procedura za analizo
- **ANALIZNO NAVODILO** - podrobni opisi za izvajanje vseh faz analiznega postopka

ANALIZNA KEMIJA

ANALIZNE METODE:

- **kemične (gravimetrija, titrimetrija)- absolutne metode**
- **instrumentalne (spektroskopske, elektroanalitske,...)- relativne metode**

ANALIZNE METODE

- **Gravimetrične metode** (temeljijo na merjenju mase)
- **Titrimetrične metode** (temeljijo na merjenju volumna)
- **Elektrokemijske metode** (temeljijo na merjenju električnih količin -potencial, tok, upor, naboj....)

ANALIZNE METODE

- **Spektroskopske metode** (interakcija med analitom in elektromagnetnim valovanjem)
- **Kromatografske metode** (ločevanje komponent na osnovi njihovih interakcij med fazami)
- **Kemometrija** (Uporaba matematičnih in statističnih metod pri vrednotenju podatkov)

SI osnovne enote

KOLIČINA	IME	KRATICA
Masa	kilogram	kg
Dolžina	meter	m
Čas	sekunda	s
Temperatura	kelvin	K
Množina snovi	mol	mol
Električni tok	amper	A
Svetlobna jakost	kandela	cd

PREDPONE ZA MERSKE ENOTE

PREDPONA	FAKTOR	SIMBOL
tera	10 ¹²	t
giga	10 ⁹	g
mega	10 ⁶	m
kilo	10 ³	k
hekto	10 ²	h
deka	10	da
deci	10 ⁻¹	d
centi	10 ⁻²	c
mili	10 ⁻³	m
mikro	10 ⁻⁶	μ
nano	10 ⁻⁹	n
piko	10 ⁻¹²	p
• femto	10 ⁻¹⁵	f

Podajanje koncentracij:

molarnost	št. molov toplj./1 l razt.
molalnost	št. molov toplj./1 kg topila
masni odstotek	$(\frac{m_{analita}}{m_{vzorca}}) * 100$
volumski odstotek	$(\frac{V_{toplj.}}{V_{razt.}}) * 100$
utežno-volumski odstotek	$(\frac{m_{toplj.}}{V_{razt.}}) * 100$
parts per million (ppm)	μg/g
parts per billion (ppb)	ng/g

Podajanje koncentracij (okoljski vzorci)

- Podajanje zavisi od vrste vzorcev.
- npr. plinasti vzorci: Koncentracije lahko izražamo v SI enotah (g/m³ ali ml/m³) ali v ppm oziroma ppb.
- ppm (parts per million)
- ppb (parts per billion)

Izražanje koncentracij- trdni vzorci
raztopine

Trdni vzorci:

- ppm: $\mu\text{g/g}$
- ppb: $\mu\text{g/kg}$

Raztopine:

- ppm: $\mu\text{g/g}$
- ppb: $\mu\text{g/kg}$

vodne raztopine:

ppm = $\mu\text{g/mL}$

ppb = $\mu\text{g/L}$

Izražanje koncentracij trdnih snovi v
plinih (prašni delci)

Koncentracije izražamo v miligramih (mikrogramih)
trdne substance v m^3 plinastega vzorca

ppm, ppb (plinasti vzorci)

analit- plin

- Število molov analita v milijon (miljardi) molih (molov) plinastega vzorca (npr. zraka) ali v ustreznih volumskih razmerjih (ml/m^3 , $\mu\text{l/m}^3$).
- ŠTEVILO MOLOV JE PRI PLINIH PROPORCIONALNO VOLUMNU!

Preračunavanje koncentracij

$$c(\text{mg} / \text{m}^3) = c(\text{ppm}) \times \frac{M}{24,04}$$

$$c(\text{ppm}) = c(\text{mg} / \text{m}^3) \times \frac{24,04}{M}$$

c = koncentracija

M = molekulska masa snovi

Molski volumen znaša 24,04 l pri temperaturi 20°C in tlaku $1,013 \cdot 10^5$ Pa.

Preračunavanje koncentracij

- Primeri:
 - Nekaj splošnih primerov preračunavanja enot (iz molarnosti v masne deleže, oziroma ppm ali ppb)
- 1 mg/ml Na, Cu, Pb preračunajte v molarne koncentracije!

Primer izračuna koncentracij

- Pri določevanju toluena v vodi zajamemo toluen na trdnem nosilcu. Pred analizo ga nato s primernim topilom z nosilca odstranimo in določimo z neko izbrano metodo.
- 500 ml vzorca črpamo skozi kolono z nosilcem. Nato ga s kolone speremo z 10 ml primernega topila. Izmerjena koncentracija toluena je bila 5 $\mu\text{g}/\text{ml}$. Izračunajte koncentracijo toluena v vzorcu! (odgovor 0,1 $\mu\text{g}/\text{g}$)

FAZE KEMIJSKE ANALIZE

- izbira analizne metode
- jemanje vzorca
- priprava vzorca
- analizni postopek v ožjem smislu
 - a) direkten
 - b) po določeni operaciji (separiranje, koncentriranje)
- meritev
- izračun, podajanje rezultatov
- ocena postopka (pravilnost, natančnost....)

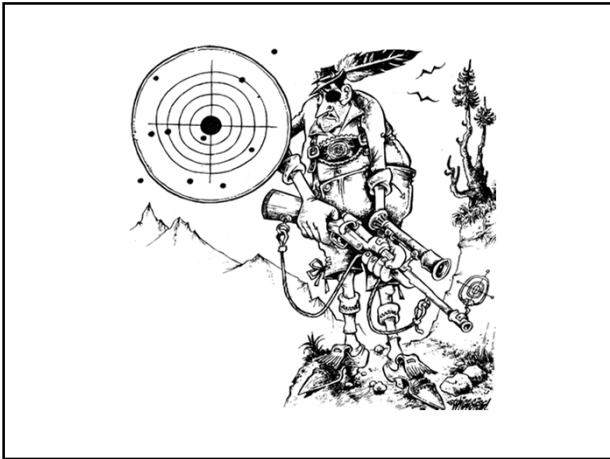
IZBIRA ANALIZNE METODE

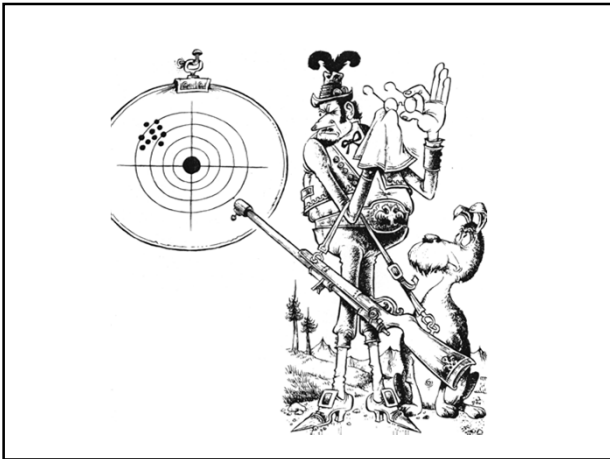
FAKTORJI, KI VPLIVAJO NA ODLOČITEV:

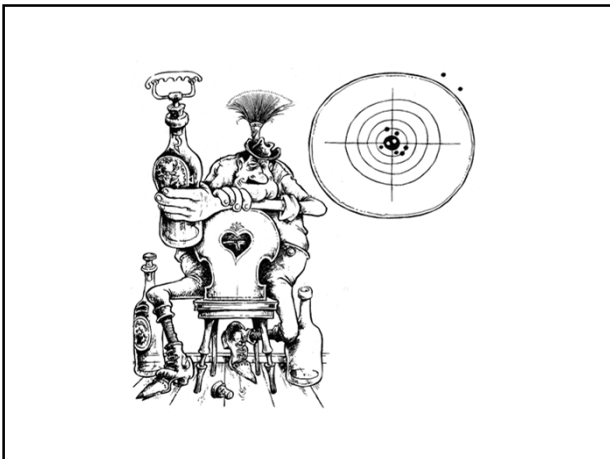
- Vrsta analita
- Vrsta vzorca
- Koncentracijsko področje
- Zahtevana natančnost in pravilnost
- Število vzorcev
- Število komponent
- Cena

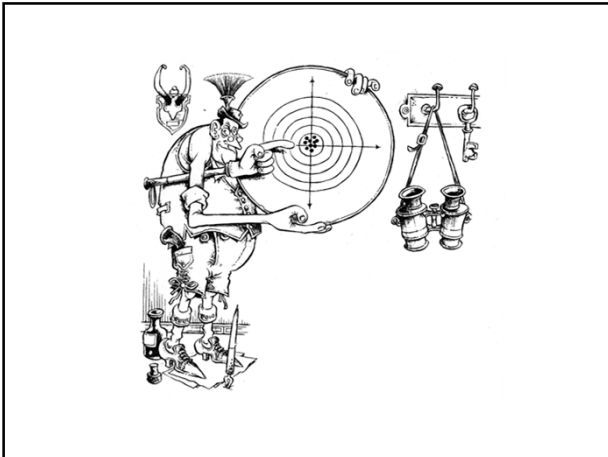
PRAVILNOST, NATANČNOST

- Podrobnosti bomo obravnavali kasneje!









VZOREC

REPREZENTATIVNOST
HOMOGENOST

TEKOČINE
PLINI
TRDNI VZORCI (homogenost)

SKLEP

- Analizna metoda vključuje vrsto korakov, ki jih moramo upoštevati preden pričnemo z delom
- Analizni postopek zavisi od izbrane tehnike, vrste vzorcev in zahtev analize
- Posamezne analizne metode moramo obravnavati s teh vidikov.
