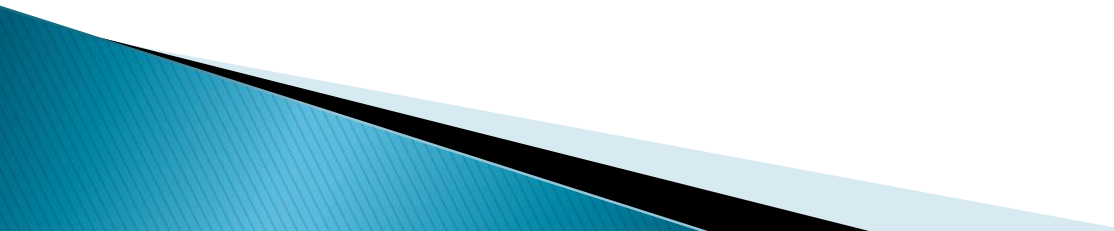


UVOD U KEMIJU OKOLIŠA

Doc. dr. sc. Šime Ukić

**Zavod za analitičku kemiju
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije
Sveučilište u Zagrebu**

KONCEPT:

1. Predavanja
 2. Vježbe
 3. Seminari
 4. Parcijalni test
- 

1. Dogovor oko termina testa.

PRIJEDLOG: 20. travnja (četvrtak) – 11.00 sati.

2. Dogovor oko termina vježbi.

3. Dogovor oko početka vježbi.

PRIJEDLOG: Za pet tjedana.

NAPOMENA:

Za potrebe vježbi odmah pribaviti realne uzorke:

- 1. 100 g tla ili sedimenta** (uzorak rasprostrijeti na čisti papir i ostaviti da se suši do početka vježbi)
- 2. 1,5-2,0 L vode** (kišnica, bunar, pipa, akvarij...)

OKOLIŠ

Prema Zakonu o zaštiti okoliša:

“Okoliš je prirodno okruženje: zrak, klima, voda i more, biljni i životinjski svijet u ukupnosti uzajamnog djelovanja i kulturna baština kao dio okruženja kojega je stvorio čovjek.”

KEMIJSKA ANALIZA

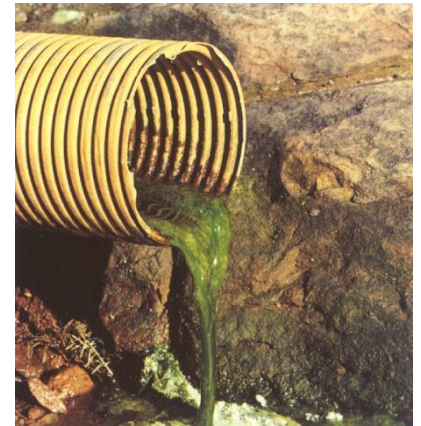
Znanost koja razvija metode i alate nužne za dobivanje informacije o kemijskom sastavu materijala i njegovim promjenama s vremenom, o prostornom rasporedu i strukturi materijala.

KEMIJSKA ANALIZA OKOLIŠA

→ Praćenje stanja okoliša



- ❖ Stanje okoliša → kvaliteta okoliša
 - iskazuje se fizikalnim, kemijskim te mnogim drugim pokazateljima
- ❖ Zagađenje okoliša → promjena stanja okoliša koje je posljedica:
 - a) ispuštanja, odlaganja i unošenja zagađivala,
 - b) ispuštanja energije,
 - c) nepovoljnih pojava, radnji ili zahvata



Zagađenje ≠ Onečišćenje

Onečišćenje je pojava neželjene tvari u prirodnom okruženju kao rezultat ljudske aktivnosti.

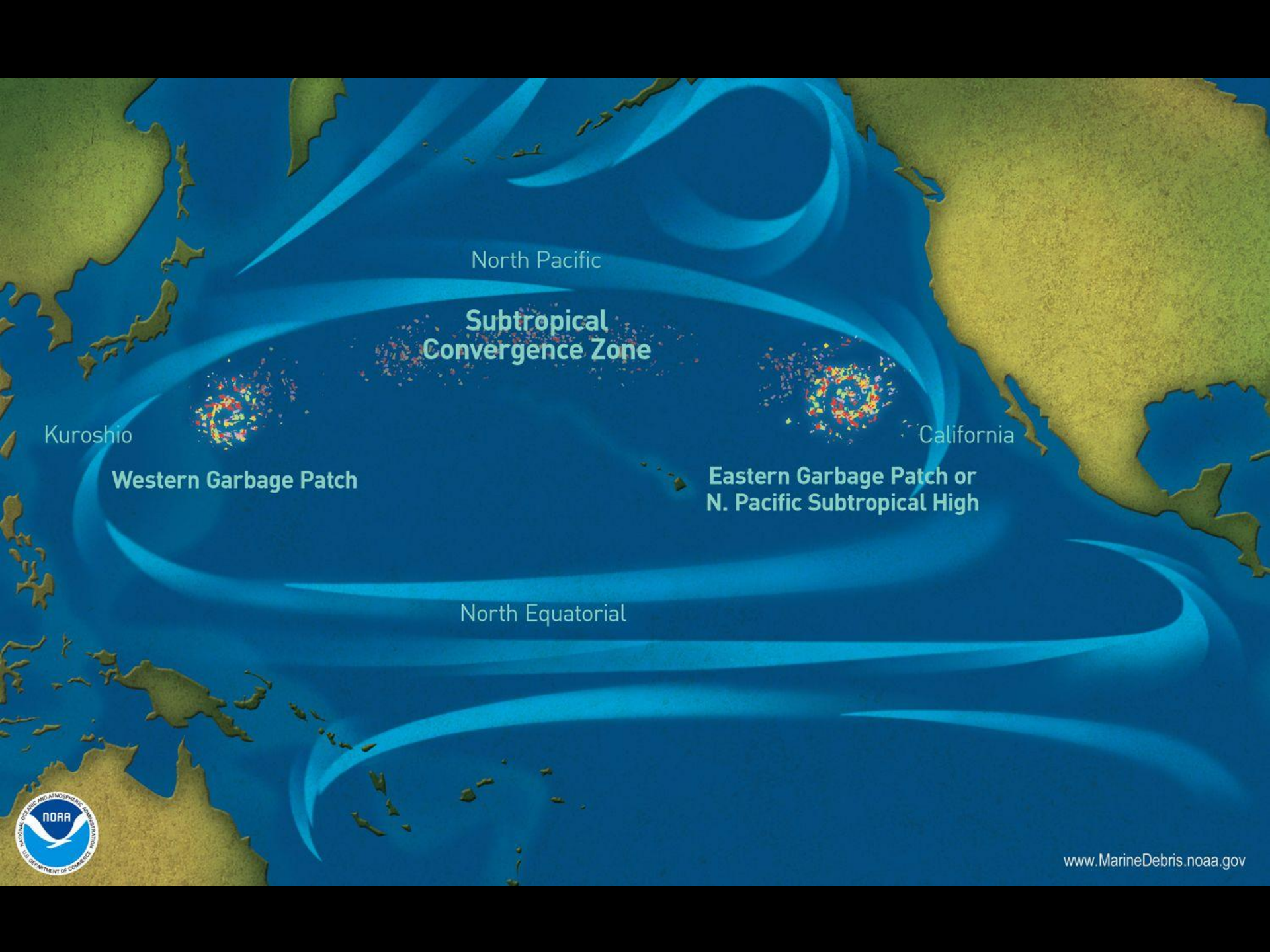
Zagađenje je onečišćenje koje je poprimilo veće razmjere - negativno djeluje na ljudsko zdravlje i okolinu uopće.

Zaštita okoliša nije interes jednog sloja ljudi, to je odgovornost svih ljudi današnjice prema naraštajima koji dolaze.

Problem zagađenja:

- nagli industrijski i urbani razvoj ljudskog društva
- zrak, voda i tlo nisu neograničeni prijemnici!!!





North Pacific

**Subtropical
Convergence Zone**

Kuroshio

Western Garbage Patch

California

**Eastern Garbage Patch or
N. Pacific Subtropical High**

North Equatorial



<https://www.youtube.com/watch?v=8a4S23uXlCM>

<https://www.youtube.com/watch?v=mkfAnQtIUCw>

VODA

- ❖ 1981. → Prvi propisi za ocjenu kakvoće voda na području Hrvatske.
- ❖ *Zakon o vodama*, NN br. 153/09, 63/11, 130/11, 56/13, 14/14
- ❖ *Uredba o opasnim tvarima u vodama*, NN br. 78/98 i 137/08

TLO

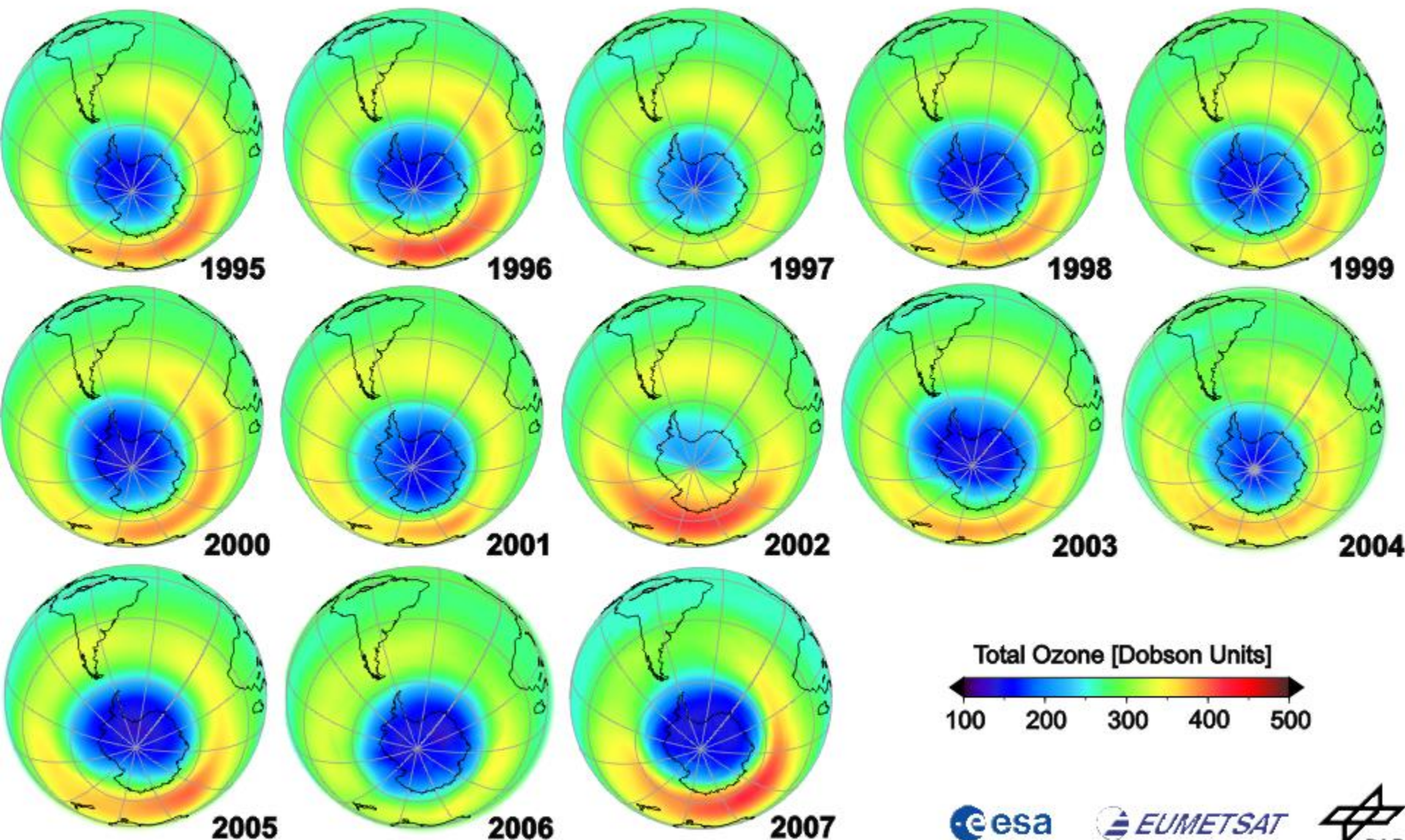
- ❖ 1972. → Stockholmska konferencija UN: *Povelja o tlu*
- ❖ 1972. i 1992. → Council of Europe: *Preporuke o zaštiti tla*
- ❖ 1992. → Pravilnik o zaštiti poljoprivrednog zemljišta od onečišćenja štetnim tvarima

ZRAK

- ❖ 1991. → Bečka konvencija o zaštiti ozonskog omotača
- ❖ 1991. → Montrealski protokol o tvarima koje oštećuju ozonski omotač te njegove izmjene i dopune:
 - ❖ 1994. → Londonski amandman
 - ❖ 1996. → Kopenhagenski amandman
- ❖ Okvirna konvencija UN o promjeni klime (1996), Kyoto protokol Okvirne konvencije UN o promjeni klime (1999),
- ❖ 1991. → Konvencija o dalekosežnom prekograničnom onečišćenju zraka
- ❖ 1991. → Protokol Konvencije o dalekosežnom prekograničnom onečišćenju zraka u svezi s dugoročnim financiranjem programa suradnje za praćenje i procjenu dalekosežnog prekograničnog prijenosa onečišćujućih tvari u zraku u Europi (EMEP protokol)
- ❖ 1991. → Protokol o daljnjem smanjenju emisija sumpora Konvencije o dalekosežnom prekograničnom onečišćenju zraka.

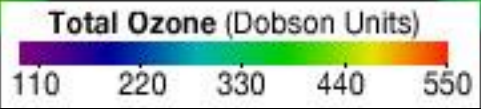
Monitoring the Antarctic Ozone Hole by GOME, SCIAMACHY and GOME-2

Total Ozone Monthly Mean, September 1995 - 2007

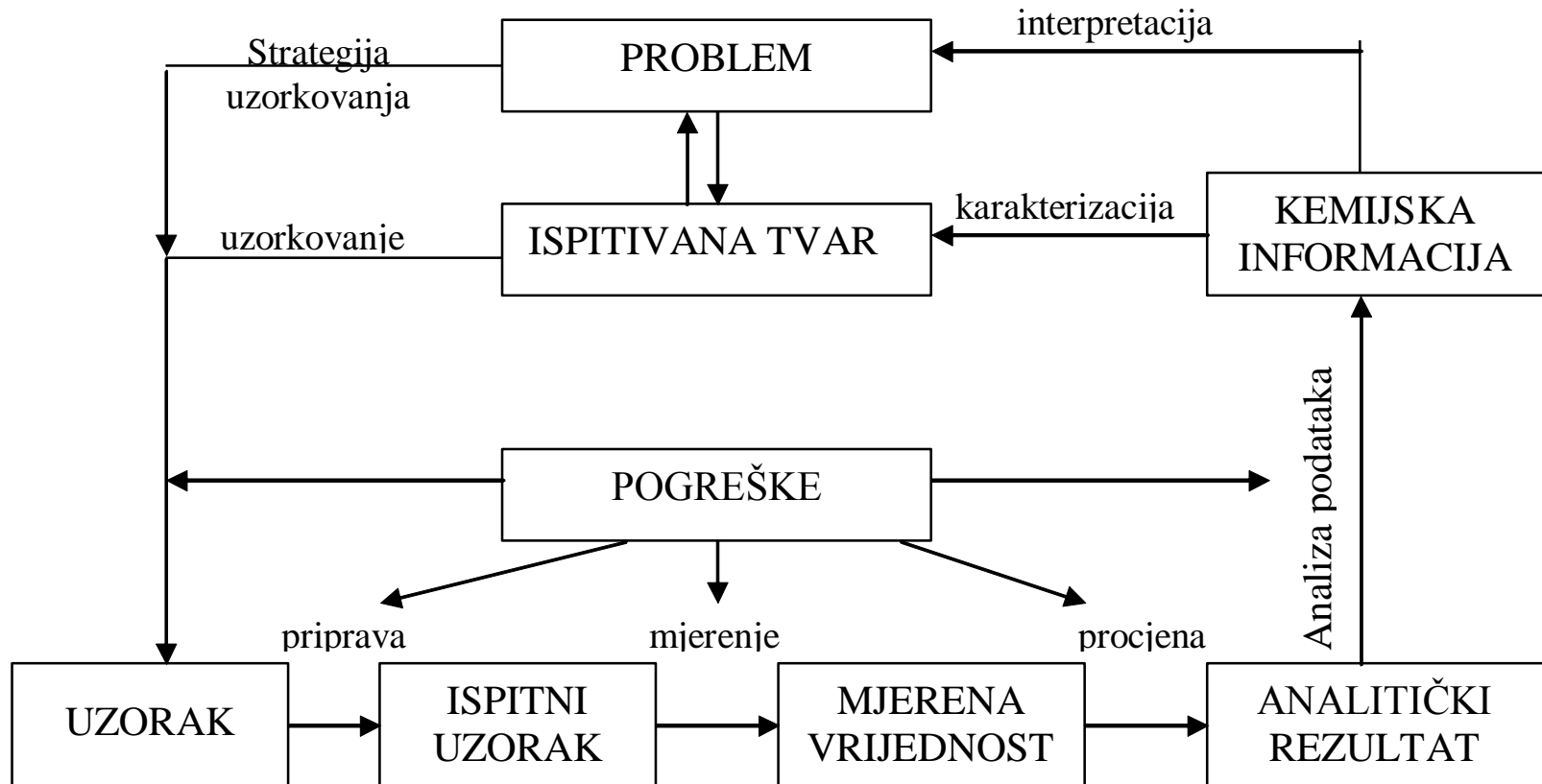


1979

2008

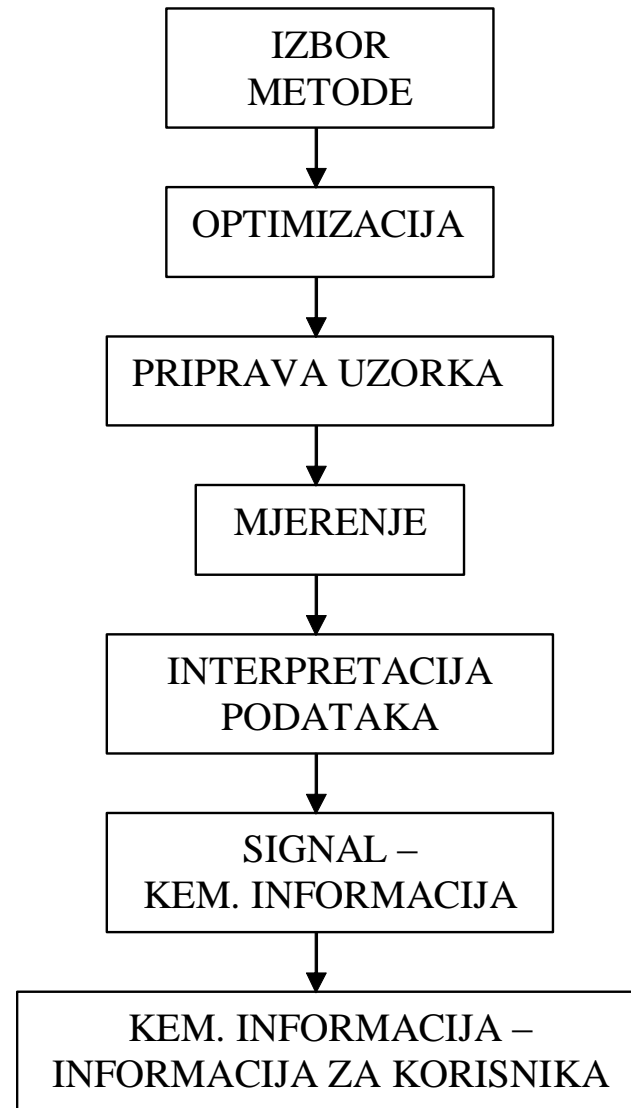


ANALITIČKI PROCES



ANALITIČKI PROCES

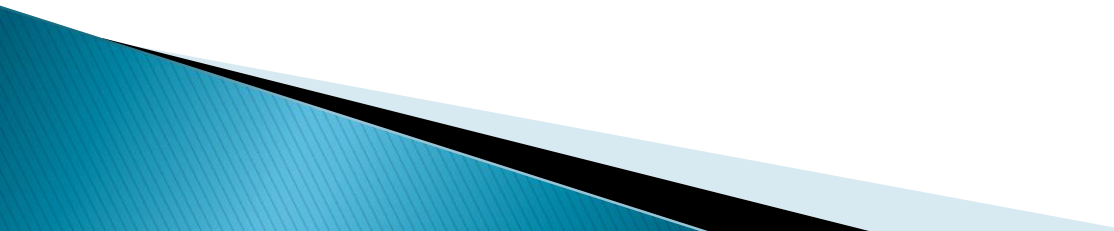
- ❖ razvoj metode - njezin izbor i optimiranje,
- ❖ uzorkovanje, priprava uzorka,
- ❖ separacija analita i mjerenje,
- ❖ interpretacija mjernih podataka, odnosno pretvorba signala u informaciju za korisnika



POGREŠKE U KEMIJSKOJ ANALIZI OKOLIŠA

- ❖ Pogreška je razlika između izmjerene i stvarne (prihvaćene) vrijednosti.
- ❖ S obzirom na uzrok, pogreške mogu biti:
 - sustavne ili odredljive
 - slučajne ili neodredljive
 - grube

IZBOR I RAZVOJ METODE

- ❖ problem
 - ❖ informacija o uzorku i analitu
 - ❖ odnos masa analita i uzorka
 - ❖ fizikalno-kemijska svojstva uzorka
 - ❖ konačna informacija za korisnika
- 

UZORCI IZ OKOLIŠA

- ❖ kompleksne prirode – osim željenog analita prisutni i drugi sastojci = interferencije

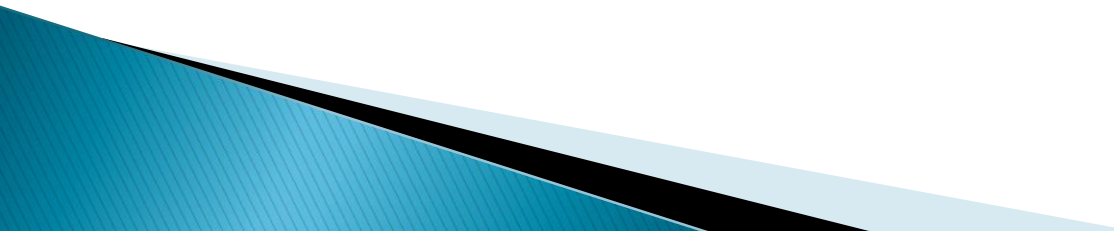
UZORAK = ANALIT + MATICA

- ❖ željeni analit je prisutan u tragovima

UZORKOVANJE

- ❖ uzorak mora predstavljati cjelinu iz koje je uzet, tj. uzorak mora biti REPREZENTATIVAN
- ❖ količina (masa) uzorka koji se uzima za analizu mora biti određena
- ❖ rukovanje i skladištenje uzorka mora biti primjereno

PREDUVJETI REPREZENTATIVNOG UZORKA

- ❖ **HOMOGENOST:** stupanj jednolične raspoređenosti svojstva tvari u materijalu
 - ❖ **STABILNOST:** analiza uzorka mora se obaviti unutar tzv. vremena valjanosti uzorka u kojem ne nastaju njegove bitne promjene
 - ❖ **SIGURNOST:** zaštita ljudi koji uzorkuju
- 

PRIKUPLJANJE I ANALIZA UZORAKA

- ❖ Vrijeme od uzorkovanja do provedbe analize mora biti što kraće kako bi se sačuvala reprezentativnost uzorka.
- ❖ Neke uzorke potrebno je analizirati *in situ*.

ČUVANJE UZORAKA

- ❖ metalni spremnici
- ❖ stakleni spremnici
- ❖ plastični spremnici

TEHNIKE UZORKOVANJA

Razlikujemo:

- ❖ uzorkovanje čvrstog materijala
- ❖ uzorkovanje tekućina
- ❖ uzorkovanje plinova

VALIDACIJA

Postupak kojim se određuje i dokumentira prikladnost analitičkog sustava za određenu namjenu.

HRN EN ISO 8402 iz 1996.:

Validacija je potvrda ispitivanjem i prikupljanjem dobivenih objektivnih dokaza o ispunjavanju osobitih zahtjeva za predviđenu posebnu uporabu.

VALIDACIJA UZORKA I UZORKOVANJA

Kvaliteta i korisnost informacije ovisi o kvaliteti uzorka.

Kriteriji za prihvaćanje uzorka su:

- ❖ njegova nedvosmislena identifikacija
- ❖ usklađivanje postupka uzorkovanja sa željenim podatkom kemijske analize
- ❖ valjan lanac nadzora nad sveukupnim postupkom

VALIDACIJA METODOLOGIJE

- ❖ procjena utjecaja okoline
- ❖ usporedba s referentnim tvarima
- ❖ usporedba s drugom metodom
- ❖ međulaboratorijska ispitivanja

IZVEDBENE ZNAČAJKE

- ❖ točnost
- ❖ preciznost
- ❖ linearnost
- ❖ osjetljivost
- ❖ selektivnost i specifičnost
- ❖ granica dokazivanja
- ❖ granica kvantifikacije
- ❖ otpornost
- ❖ iskoristivost

SELEKTIVNOST I SPECIFIČNOST METODE

Specifičnost ?

Selektivnost ?

Selektivni reagens ?

SELEKTIVNOST I SPECIFIČNOST METODE

Specifičnost je mogućnost nedvosmislenog određivanja analita u složenoj matici uzorka.

Selektivnost ?

Selektivni reagens ?

SELEKTIVNOST I SPECIFIČNOST METODE

Specifičnost je mogućnost nedvosmislenog određivanja analita u složenoj matici uzorka.

Selektivnost je svojstvo metode da se njome identificira traženi analit uz prethodno uklanjanje interferencija.

Selektivni reagens ?

SELEKTIVNOST I SPECIFIČNOST METODE

Specifičnost je mogućnost nedvosmislenog određivanja analita u složenoj matici uzorka.

Selektivnost je svojstvo metode da se njome identificira traženi analit uz prethodno uklanjanje interferencija.

Selektivni reagens reagira s nekoliko sličnih tvari, dok specifični reagens u određenim uvjetima reagira samo s analitom.

ŠTO UTJEČE NA ODREĐIVANJE ANALITA?

Matica (promjena nagiba pravca)

→ koristi se metoda standardnog dodatka

Interferencije (promjena odsječka na ordinati)

→ koristi se višekomponentna analiza

Oboje → potrebna je prethodna separacija ili maskiranje

ŠTO JE OSJETLJIVOST METODE?

- ❖ *Svojstvo metode ili instrumenta da razlikuje uzorke različitih koncentracija analita uz definiranu razinu pouzdanosti.*
- ❖ u instrumentalnoj se analizi izražava nagibom pravca, b
- ❖ osjetljivost je konstantna samo u linearnom području

GRANICA DOKAZIVANJA I KVANTIFIKACIJE

Granica dokazivanja je najmanja količina analita koja se može kvalitativno dokazati.

Granica kvantifikacije je najmanja količina analita koja se može dovoljno pouzdano odrediti.

TOČNOST I PRECIZNOST REZULTATA

Točnost je stupanj podudaranja prosjeka mjerenih vrijednosti s pravom ili očekivanom vrijednošću.

Preciznost je mjera podudaranja rezultata.

PRECIZNOST

1) PONOVLJIVOST METODE

Metoda je ponovljiva ako osigurava bliskost rezultata ponovljenih uzastopnih mjerenja istog analita obavljenih u istim mjernim uvjetima.

Ponovljivost se iskazuje rasipanjem rezultata kao kratkoročno standardno odstupanje.

PRECIZNOST

2) OBNOVLJIVOST METODE

Obnovljivost je bliskost rezultata ponovljenih mjerenja istog analita pri promijenjenim mjernim okolnostima (mjerno načelo, metoda, analitičar, instrument, referencijski uzorak, mjesto i vrijeme određivanja).

Iskazuje se rasipanjem rezultata kao dugoročno standardno odstupanje.

Obnovljivošću se uspoređuje preciznost između više laboratorija.

ISKORISTIVOST METODE

Iskoristivost metode je njezina sposobnost da odredi ukupnu količinu analita.

Iskoristivost se iskazuje kao postotak određenog analita prema njegovoj stvarnoj vrijednosti.

Iskoristivost i točnost nisu istoznačne: točnost je izvedbena značajka rezultata, a iskoristivost metode.

OTPORNOST METODE

Otpornost metode je njezino svojstvo da ne reagira na male promjene mjernih parametara i da omogućuje njezinu provedbu.

VALIDACIJU TREBA PROVODITI

- ❖ pri uvođenju nove metode
- ❖ prilikom prenamjene ili modifikacije postojeće metode
- ❖ nakon svake promjene ili većeg servisa instrumenta
- ❖ u određenim vremenskim razdobljima
- ❖ za metode razvijene u vlastitom laboratoriju
- ❖ kada se normirana metoda želi primijeniti izvan normiranog područja
- ❖ za utvrđivanje standardnog radnog postupka (standarne metode)
- ❖ nakon zamjene reagensa
- ❖ kada validirana metoda nije bila dugo u uporabi

VALIDACIJA PODATAKA

Validacija podataka je postupak njihova prihvaćanja ili odbacivanja na temelju određenih kriterija. To je završni korak i zahtijeva dokumentiranost od uzorkovanja do iskazivanja podataka.

Validacija podataka bit će uspješnija što je više spoznaja o svekolikom analitičkom procesu.