



ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ
Εθνικόν και Καποδιστριακόν
Πανεπιστήμιον Αθηνών

Υδρογεωχημεία – Αναλυτική Γεωχημεία

Ενότητα 8: Κριτήρια επιλογής κατάλληλης τεχνικής
χημικής ανάλυσης

Αριάδνη Αργυράκη

Σχολή Θετικών Επιστημών

Τμήμα Γεωλογίας και Γεωπεριβάλλοντος

Στόχοι ανάλυσης/ ερευνητή

- Προσδιορισμός συγκεντρώσεων στοιχείων και ανόργανων ενώσεων σε πρακτικά **ομοιογενή** δείγματα (bulk analysis)
- Τεχνικές μικροανάλυσης → σημειακός προσδιορισμός συγκεντρώσεων σε ετερογενή μέσα ή μικροσκοπικά δείγματα.
- Να καθορίσει την απαιτούμενη ποιότητα των δεδομένων ώστε να ικανοποιούν τους σκοπούς της έρευνας (fitness for purpose)
- Να ελαχιστοποιήσει το κόστος της ανάλυσης
- Να διασφαλίσει ότι η αναλυτική διαδικασία περιλαμβάνει ενέργειες ποιοτικού ελέγχου



Ποιότητα των δεδομένων

Απαιτήσεις ανάλογα με στόχο:

1. χαρακτηρισμός ρύπανσης σε ένα ποτάμι,
2. παραμετροποίηση ενός μοντέλου περιγραφής διαδικασιών κρυστάλλωσης μάγματος,
3. εντοπισμός ενός κοιτάσματος σε περιοχή εμφάνισης γρανιτικών πετρωμάτων.

Σε κάθε περίπτωση η ποιότητα των δεδομένων θα πρέπει να είναι τέτοια ώστε το ποσοστό της γεωχημικής διακύμανσης των τιμών να μη επικαλύπτεται από το ποσοστό της μεταβλητότητας που οφείλεται σε σφάλματα των μετρήσεων → Ενέργειες διαπίστωσης τυχαίων σφαλμάτων



1. Εκτίμηση ποτάμιας ρύπανσης

1. Απαιτείται σύγκριση των τιμών συγκέντρωσης του αναλυτή με θεσμοθετημένο όριο ρύπανσης →

- Συστηματικά σφάλματα ενδεχόμενα επηρεάζουν την απόλυτη ακρίβεια με κίνδυνο να ληφθούν εσφαλμένες αποφάσεις σε σχέση με τα πραγματικά επίπεδα ρύπανσης του ποτάμιου νερού. →
- Απαραίτητο να συμπεριληφθούν στην αναλυτική σειρά των δειγμάτων και τα κατάλληλα πιστοποιημένα δείγματα αναφοράς (CRMs)

2. Όριο ανίχνευσης μεθόδου →

- Λόγω των χαμηλών συγκεντρώσεων πολλών στοιχείων στο νερό, η τεχνική ICP-MS μπορεί να δώσει τη λύση.



2. Μαγματική κρυστάλλωση

Εκτίμηση της σχετικής μεταβολής συγκέντρωσης ενός συστατικού μεταξύ των δειγμάτων πετρωμάτων που προέκυψαν από την διαδικασία της κλασματικής κρυστάλλωσης → δεν ενδιαφέρει τόσο η απόλυτη ακρίβεια όσο η **επαναληψιμότητα** των μετρήσεων, εφ' όσον οι διαφορές συγκέντρωσης είναι γενικά μικρές από δείγμα σε δείγμα.



3. Εντοπισμός κοιτάσματος

- Οι απαιτήσεις ελαττώνονται ως προς την ακρίβεια και την επαναληψιμότητα, καθώς συνήθως το κοίτασμα περιέχει συγκεντρώσεις στοιχείων ενδιαφέροντος πολλαπλάσιες των συγκεντρώσεων στα περιβάλλοντα στείρα πετρώματα.
- Οι γεωχημικές ανωμαλίες εντοπίζονται εύκολα χωρίς να απαιτείται ιδιαίτερη επένδυση στο πρόγραμμα ποιοτικού ελέγχου. Στην περίπτωση αυτή επιλέγεται μια αναλυτική μέθοδος η οποία είναι ταχεία με δυνατότητα χρήσης ακόμη και στην ύπαιθρο.



Τεχνικές ανάλυσης διαλυμάτων (1/2)

Αναλύσεις
νερού:
όρια
ανίχνευσης
και τυπικές
συγκεντρώσει
ς στο νερό
(ng/ g)

Στοιχείο	F-AAS	GF-AAS	ICP-AES	ICP-MS	Πρότυπο δείγμα πόσιμου νερού
Li	3	0.03	45	7	-
Be	3	0.006	0.54	0.3	-
B	2100	45	9.6	20	5000
Na	1	0.009	58	2.3	200000
Mg	0.6	0.0006	60	1	-
Al	60	0.03	40	0.6	-
Ca	3	0.03	20	16	-
Fe	15	0.03	12.4	7	300
Zn	3	0.006	8	2	5000
Cd	3	0.0006	7	0.05	5
Pb	60	0.03	80	0.04	-
Pb	60	0.021	84	0.06	10
Χρόνος ανάλυσης/δείγμα	1h	5h	1 min	4 min	

Πίνακας 1



Τεχνικές ανάλυσης διαλυμάτων (2/2)

- Η **τεχνική AAS** υστερεί ως προς τον χρόνο που απαιτείται για την ολοκλήρωση της ανάλυσης τουλάχιστο κατά μία τάξη μεγέθους από της τεχνικές του πλάσματος.
- Για την ανάλυση δειγμάτων νερού η **τεχνική F-AAS** υστερεί γενικά εκτός του πλεονεκτήματος του χαμηλού κόστους. Όμως η **τεχνική GF-AAS** έχει το σημαντικό πλεονέκτημα των πολύ χαμηλών ορίων ανίχνευσης.
- Η **τεχνική ICP-AES** προσφέρει όρια ανίχνευσης της ίδιας τάξης μεγέθους με αυτά της AAS για τα περισσότερα στοιχεία, έτσι γενικά δεν μπορεί να εφαρμοστεί στην ανάλυση φυσικών νερών χωρίς προσυγκέντρωση των δειγμάτων.
- Η **τεχνική ICP-MS** χαρακτηρίζεται από όρια ανίχνευσης 10 -100 φορές χαμηλότερα από αυτά της ICP-AES, με εξαίρεση ορισμένα στοιχεία.
- Όλες οι παραπάνω τεχνικές απαιτούν αραίωση των δειγμάτων διαλυμάτων υψηλής ιοντικής ισχύος (π.χ. θαλασσινό νερό) πριν την ανάλυση, ενώ δεν έχουν δυνατότητα ανάλυσης ανιόντων.



Τεχνικές ανάλυσης στερεών (1/2)

Μετά από διαλυτοποίηση:

- Ευκολότερη τυποποίηση- βαθμονόμηση
- Ελαχιστοποίηση παρεμβολών μήτρας
- Εύκολος διαχωρισμός φάσεων και προσυγκέντρωση
- Δυνατότητα προσδιορισμού επιλεγμένων φάσεων με κατάλληλη μέθοδο μερικής διαλυτοποίησης
- Δυνατότητα διαλυτοποίησης μεγάλης μάζας δείγματος για αναλυτές με ετερογενή διασπορά στο δείγμα (π.χ. Au)



Τεχνικές ανάλυσης στερεών (2/2)

Απευθείας ανάλυση στερεών:

- Ελαχιστοποίηση χρόνου προετοιμασίας δείγματος
- Μικρότερη αραίωση στοιχείων χαμηλής συγκέντρωσης
- Δυνατότητα επαναληπτικής ανάλυσης δειγμάτων αναφοράς (π.χ. CRM)
- Αποφυγή απώλειας αδιάλυτων υπολειμματικών φάσεων π.χ. Zr
- Αποφυγή απώλειας πτητικών προϊόντων π.χ. SiF_4



Σύγκριση αναλυτικών τεχνικών

Τεχνική	Τύπος δοκιμίου	Κύρια στοιχεία/ προετοιμασία	Ιχνοστοιχεία 1-1000 ppm	Ιχνοστοιχεία < 1 ppm	Ταχύτητα ανάλυσης (1 δείγμα, 20 στοιχεία)
XRF	Πούδρα	Δισκίο σύντηξης	Πεπιεσμένο δισκίο	-	2h
INAA	Στερεό ή πούδρα	-	Εγκλωβισμένη κάψουλα	Εγκλωβισμένη κάψουλα	1-2h (χρόνος μέτρησης)
ICP-AES	Διάλυμα	Διαλυτοποίηση/ σύντηξη	Διαλυτοποίηση/ σύντηξη	-	1 min
ICP-MS	Διάλυμα	-	Διαλυτοποίηση	Διαλυτοποίηση	4 min
F-AAS	Διάλυμα	Διαλυτοποίηση/ σύντηξη	Διαλυτοποίηση	-	1.5 h

Πίνακας 2



Τέλος Ενότητας

Κριτήρια επιλογής κατάλληλης τεχνικής
χημικής ανάλυσης

Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στο πλαίσιο του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Αθηνών**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο την αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



Σημειώματα

Σημείωμα Ιστορικού Εκδόσεων Έργου

Το παρόν έργο αποτελεί την έκδοση 1.0.



Σημείωμα Αναφοράς

Copyright Εθνικών και Καποδιστριακών Πανεπιστημίων Αθηνών, Αριάδνη Αργυράκη, Αναπληρώτρια Καθηγήτρια. «Υδρογεωχημεία-Αναλυτική Γεωχημεία. Κριτήρια επιλογής κατάλληλης τεχνικής χημικής ανάλυσης». Έκδοση: 1.0. Αθήνα 2015. Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση: <http://opencourses.uoa.gr/courses/GEOL103/>



Σημείωμα Αδειοδότησης

Το παρόν υλικό διατίθεται με τους όρους της άδειας χρήσης Creative Commons Αναφορά, Μη Εμπορική Χρήση Παρόμοια Διανομή 4.0 [1] ή μεταγενέστερη, Διεθνής Έκδοση. Εξαιρούνται τα αυτοτελή έργα τρίτων π.χ. φωτογραφίες, διαγράμματα κ.λ.π., τα οποία εμπεριέχονται σε αυτό και τα οποία αναφέρονται μαζί με τους όρους χρήσης τους στο «Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων».



[1] <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Ως **Μη Εμπορική** ορίζεται η χρήση:

- που δεν περιλαμβάνει άμεσο ή έμμεσο οικονομικό όφελος από την χρήση του έργου, για το διανομέα του έργου και αδειοδόχο
- που δεν περιλαμβάνει οικονομική συναλλαγή ως προϋπόθεση για τη χρήση ή πρόσβαση στο έργο
- που δεν προσπορίζει στο διανομέα του έργου και αδειοδόχο έμμεσο οικονομικό όφελος (π.χ. διαφημίσεις) από την προβολή του έργου σε διαδικτυακό τόπο

Ο δικαιούχος μπορεί να παρέχει στον αδειοδόχο ξεχωριστή άδεια να χρησιμοποιεί το έργο για εμπορική χρήση, εφόσον αυτό του ζητηθεί.



Διατήρηση Σημειωμάτων

Οποιαδήποτε αναπαραγωγή ή διασκευή του υλικού θα πρέπει να συμπεριλαμβάνει:

- το Σημείωμα Αναφοράς
- το Σημείωμα Αδειοδότησης
- τη δήλωση Διατήρησης Σημειωμάτων
- το Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων (εφόσον υπάρχει)

μαζί με τους συνοδευόμενους υπερσυνδέσμους.

