

# **KÖRNYEZETVÉDELMI ANALITIKA**

## **1. rész**

**Víz- és talaj-szennyezések, hulladékok szerves és szervetlen anion szennyezőinek a vizsgálata**

# Miről lesz szó?

**A vizek csoportosítása (ivóvíz, felszíni víz, felszín alatti víz, szennyvíz) és jellemző szennyező anyagai.**

**Alapfogalmak, a szennyezések forrásai, határértékek. A víz- és talajszennyezés mintavételi és mérési módszerei.**

**Anionok (klorid, nitrit, nitrát, foszfát, szulfát, cianid, szulfid), ammónia, aktív klór, pH, fajlagos vezetőképesség stb. mérése.**

**A víz szerves szennyezői. A VOC, SVOC, NVOC fogalma. Illékony és nemillékony szennyezők eredete és mérése. A KOI, BOI, TOC és TN analízise. Fenolok, üzemanyag szennyezések, PCB-k, PAH-ok mérése (GC-MS, esetleg HPLC).**

**Mélyégi vizek oldott gáztartalmának meghatározása.**

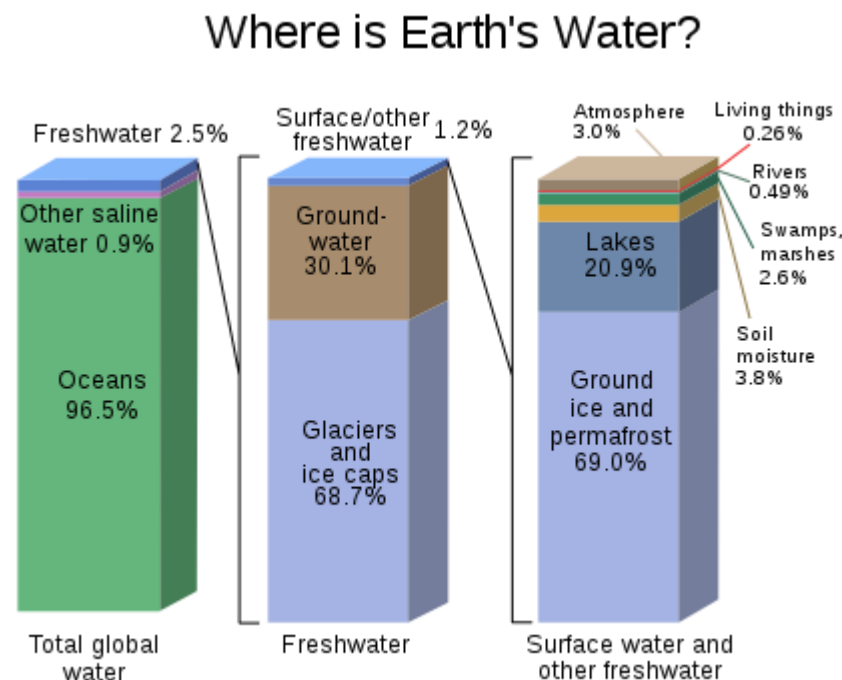
**A talaj szerves szennyezői és mérésük (üzemanyag, PAH, PCB, dioxin szennyezések) A TPH, az EPH és a VPH definíciója és mérése.**

**Bolygónk felszínének 71 %-át víz borítja. Ez mintegy 1400 millió km<sup>3</sup> vízmennyiség.**

**Az édesvíz a teljes vízkészlet 2,5 %-át teszi ki és annak is döntő része (kb. 69 %) a sarki jégtakarókban halmozódott fel.**

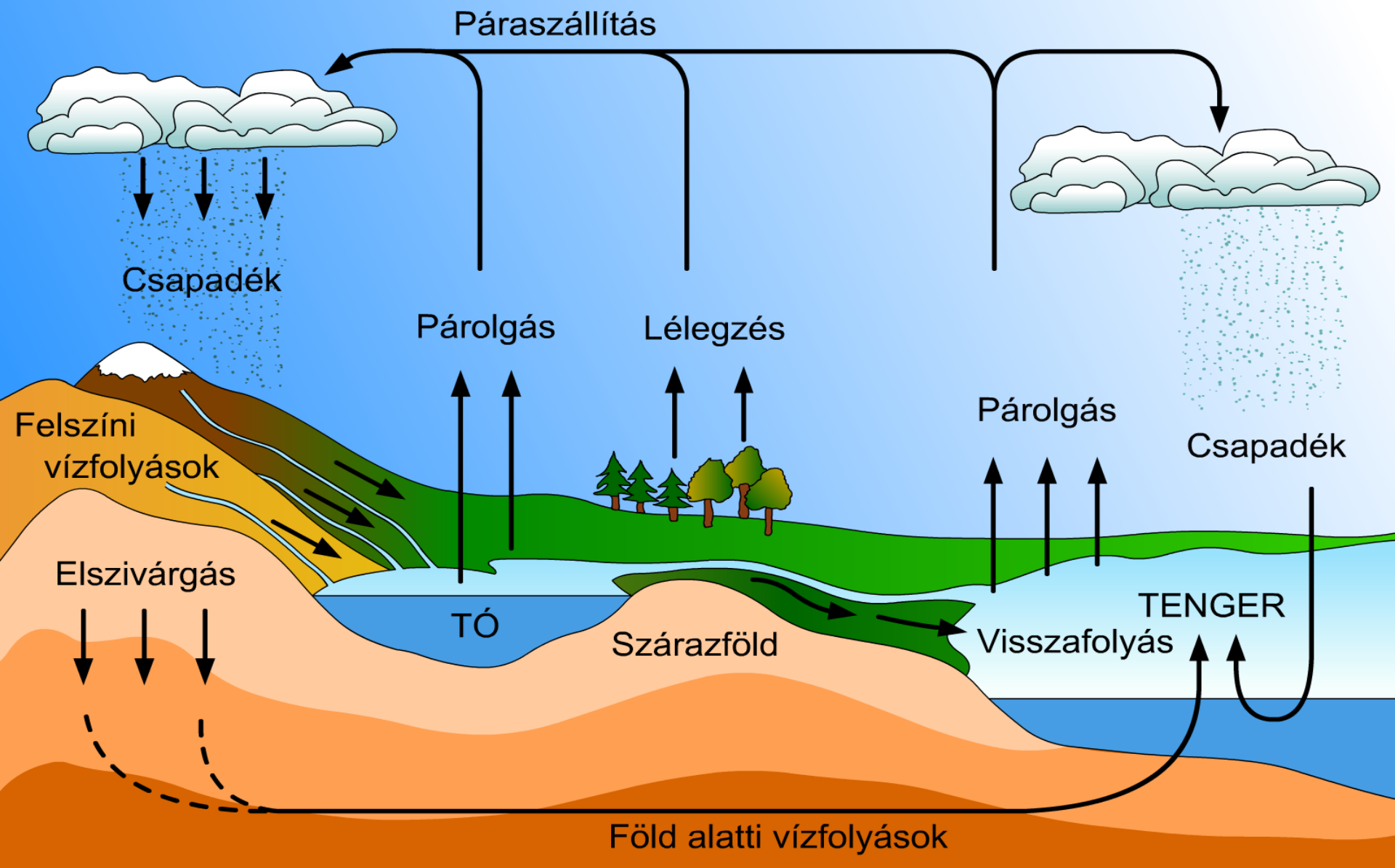
**Az összes édesvíznek csak 0,3 %-a található folyékony formában a felszínen. Ennek 87%-a tavakban, 11%-a mocsarakban található és mindössze 2%-a van folyókban.**

**Emberi felhasználásra leginkább a folyók vizeit használjuk.**



Forrás: Wikipédia

**Meg kell becsülnünk, ne szennyezzük, ne pusztítsuk!!!**



**Az emberi szervezet 55%-át víz alkotja**

# Vizek típusai 1.

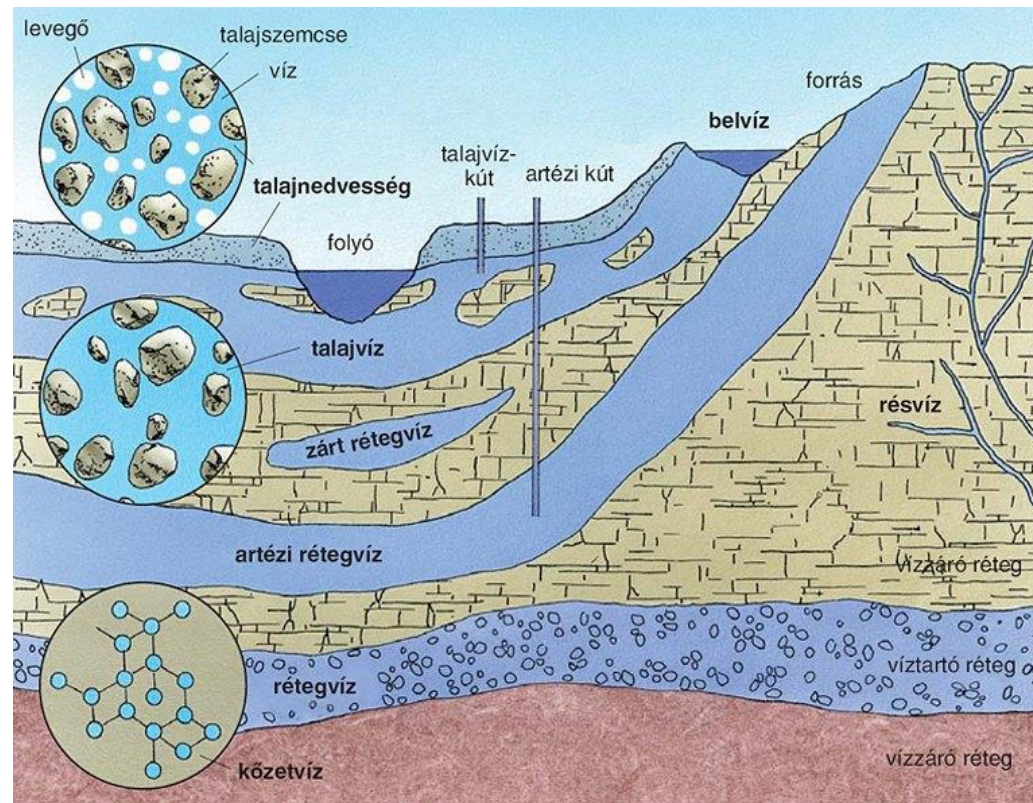
*Geológiai helyzet szerint*

## Felszíni víz

- patakok, folyók
- tavak, tengerek, tározók
- csapadékvíz (időszakos)

## Felszín alatti víz

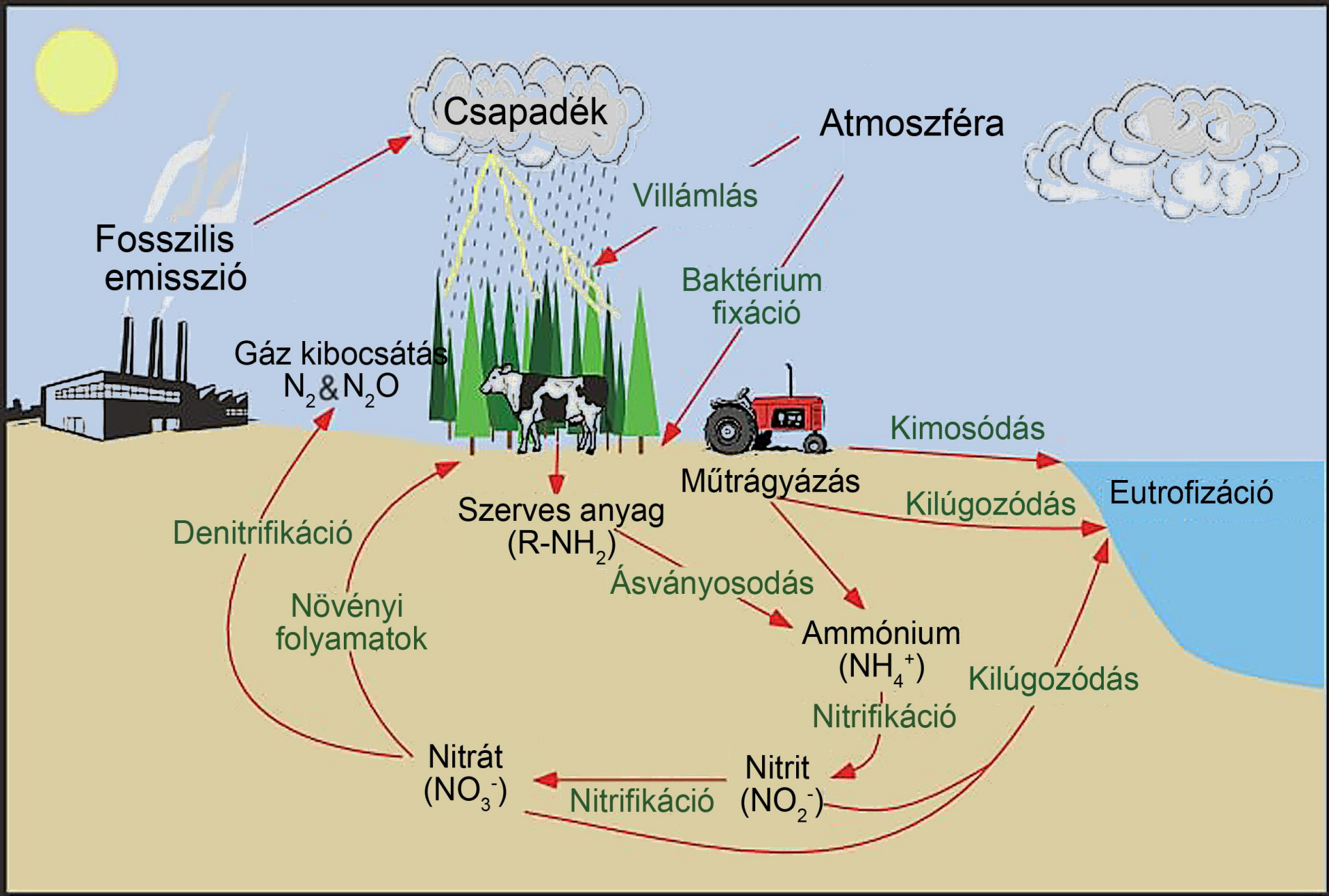
- Talajvíz
- Parti szűrésű víz
- Mélységi víz (rétegvíz, karsztvíz, forrásvíz, ásványvíz, gyógyvíz, termálvíz, stb.)



Forrás: mozaweb

*Felhasználás szerint*

- Ivóvíz
- Fürdővíz
- Technológiai (pl. kazántápvíz, hűtővíz, stb.)
- Öntözővíz



# Vizek típusai 2.

## *Szennyvizek*

### **Nyers szennyvíz**

- Kommunális
- Ipari, technológiai
- Mezőgazdasági

### **Tisztított szennyvíz**





# A vízszennyező források és anyagok

- **Kommunális** (napi kb. 150 l/fő vizet használunk el!) (25%)
  - *Szerves anyagok*: tenzidek, fehérje lebomlási termékek, gyógyszerek és metabolitjaik, kozmetikumok, benzin, gázolaj, kenőolaj, PAH-ok stb.
  - *Szervetlen anyagok*: sók, szóda, szilikátok, stb.
  - *Biológiai szennyezők*: baktériumok, gombák, stb.
- **Ipari** (50%)
  - *Energiaipar* (PCB-k, PAH-ok, stb.)
  - *Vegyipar* (kőolajszármazékok, oldószerek, lepárlási termékek, nehézfémek, lágyítók, stb.)
  - *Víztechnológia*: halokarbonok, szervetlen sók, stb.
- **Mezőgazdasági** (25%)
  - növényvédőszer maradványok, műtrágyák (klorid, nitrát, foszfát, stb.)

# Vízszennyező anyagok 1.

- Ipar

- Levegőből a vízbe jutó szennyezők (kémény, kürtő, fáklya):
  - szerves:  $\text{NO}_2/\text{NO}$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{HCl}$ , stb.
  - szerves: alkánok, cikloalkánok, aldehidek, BTEX, oldószerek, PAH, PCB, dioxinok-dibenzofuránok, klórozott szénhidrogének, stb.
- Közvetlen vízszennyezés (vegyipari szerves és szerves alkotók):
  - $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{CN}^-$ , stb.
  - nehézfémek: Fe, Cu, Mn, Cd, Hg, Cr, Pb, Zn, stb.
  - alkánok, aromások, fenolok, alkoholok, felületaktív anyagok, műanyag lágyítók, halogénezett aromások, halokarbonok, stb.

# Vízszennyező anyagok 2.

- Mezőgazdaság
  - műtrágyák: pétisó, szuperfoszfát, kálisók stb.
  - Növényvédőszer (pesticidek): inszekticidek, fungicidek, stb., pl. DDT, lindán, karbamátok, foszforsavészterek, bordóilé, poliszulfidok, stb.
  - üzemanyag maradványok
- Kommunális
  - mosószer (pl. szóda, trisó, zsíralkohol-szulfonátok),
  - élelmiszerek bomlástermékei, szerves metabolittermékek,
  - gyógyszerek és metabolitjaik,
  - kozmetikumok
- Közlekedés
  - üzemanyag, kenőanyag
  - PAH-ok, szénhidrogének ( $C_5$ - $C_{40}$ ), alkilfenolok, ftalátok, aldehidek

# Minőségi előírások: rendeletek, szabványok

- **Ivóvíz**

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

- **Felszíni víz**

- **220/2004. (VII. 21.) Kormányrendelet a felszíni vizek minősége védelmének szabályairól**

felszíni víz: a föld felszínén lévő állóvíz (így különösen: tó, bányató, mocsár, tározó), vízfolyás (így például: folyam, folyó, patak, ér, csatornák, időszakos vízfolyás, vízmosás) vize;

- **10/2010. (VIII. 18.) VM rendelet a felszíni víz vízszennyezettségi határértékeiről és azok alkalmazásának szabályairól**

- **Földtani közeg és felszín alatti vizek**

- **219/2004. (VII. 21.) Kormányrendelet a felszín alatti vizek védelméről**

Talajvíz, mélységi víz, talaj

- **6/2009. (IV. 14.) KvVM–EüM–FVM együttes rendelet a földtani közeg és a felszín alatti víz szennyezéssel szembeni védelméhez szükséges határértékekről és a szennyezések méréséről**

- **Szennyvíz**

- **28/2004. (XII. 25.) KvVM rendelet a vízszennyező anyagok kibocsátásaira vonatkozó határértékekről és alkalmazásuk egyes szabályairól**

- **Hulladék**

- **72/2013. (VIII. 27.) VM rendelet a hulladékjegyzékről**

# IVÓVÍZ határértékek 1.

201/2001. (X.25.) Kormányrendelet

	Határérték	Egység
<b>Akrilamid</b>	<b>0,10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Antimon</b>	<b>5,0</b>	<b>µg/l</b>
<b>Arzén</b>	<b>10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Benzol</b>	<b>1,0</b>	<b>µg/l</b>
<b>Benz(a)pirén</b>	<b>0,010</b>	<b>µg/l</b>
<b>Bór</b>	<b>1,0</b>	<b>mg/l</b>
<b>Bromát</b>	<b>10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Kadmium</b>	<b>5,0</b>	<b>µg/l</b>
<b>Króm</b>	<b>50</b>	<b>µg/l</b>
<b>Réz</b>	<b>2,0</b>	<b>mg/l</b>
<b>Cianid</b>	<b>50</b>	<b>µg/l</b>
<b>1,2-diklór-etán</b>	<b>3,0</b>	<b>µg/l</b>
<b>Epiklórhidrin</b>	<b>0,10</b>	<b>µg/l</b>

# IVÓVÍZ határértékek 2.

201/2001. (X.25.) Kormányrendelet

<b>Fluorid</b>	<b>1,5</b>	<b>mg/l</b>
<b>Ólom</b>	<b>10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Higany</b>	<b>1,0</b>	<b>µg/l</b>
<b>Nikkel</b>	<b>20</b>	<b>µg/l</b>
<b>Nitrát</b>	<b>50</b>	<b>mg/l</b>
<b>Nitrit</b>	<b>0,50</b>	<b>mg/l</b>
<b>Peszticidek</b>	<b>0,10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Összes peszticid</b>	<b>0,50</b>	<b>µg/l</b>
<b>Policiklusos aromás szénhidrogének (PAH)</b>	<b>0,10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Szelén</b>	<b>10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Tetraklór-etilén és triklór-etilén</b>	<b>10</b>	<b>µg/l</b>
<b>Összes trihalo-metán</b>	<b>50</b>	<b>µg/l</b>
<b>Vinil-klorid</b>	<b>0,50</b>	<b>µg/l</b>
<b>Cisz-1,2-diklór-etilén</b>	<b>50</b>	<b>µg/l</b>
<b>Klorit</b>	<b>0,20</b>	<b>mg/l</b>
<b>Kötött aktív klór</b>	<b>3,0</b>	<b>mg/l</b>

# **Földtani közeg és felszín alatti vizek szennyezőinek besorolása**

**219/2004. (VII. 21.) Kormányrendelet a felszín alatti vizek védelméről**

## **K1 minősítésű anyagok (I. jegyzék)**

1. Szerves halogén vegyületek és olyan anyagok, amelyek a vízi környezetben szerves halogéneket képezhetnek.
2. Szerves foszforvegyületek.
3. Szerves ónvegyületek.
4. Karcinogén vagy mutagén, illetve hormonhatású vegyületek
5. Higany és vegyületei.
6. Kadmium és vegyületei.
7. Perzisztens szénhidrogének és perzisztens vagy bioakkumulációra hajlamos szerves toxikus anyagok.
8. Cianidok.



# Földtani közeg és felszín alatti vizek szennyezőinek besorolása

**219/2004. (VII. 21.) Kormányrendelet a felszín alatti vizek védelméről**

## **K2 minősítésű anyagok (II. jegyzék)**

1. Az I. Jegyzékben nem szereplő félfémek és fémek, valamint vegyületeik
2. Az I. Jegyzékben nem szereplő biocidok, növényvédő szerek és ezek származékai.
3. Ásványolajok és más szénhidrogének, amelyek toxicitás, lebomlás és az emberi szervezetben való felhalmozódás szempontjából kis kockázatot jelentenek és ezért nem sorolandók az I. Jegyzékbe.
4. Íz és/vagy szaganyagok.
5. Mérgező vagy bomlásálló szerves szilíciumvegyületek.
6. Szervetlen foszforvegyületek, valamint az elemi foszfor.
7. Fluoridok.
8. Ammónia és nitritek.
9. Az eutrofizációt elősegítő anyagok (különösen a nitrátok és a foszfátok).
10. Szuszpenzióban lévő anyagok.
11. Az oxigénháztartásra kedvezőtlen hatással levő anyagok (amelyek olyan paraméterekkel mérhetők, mint a BOI és KOI).

# Földtani közeg és felszín alatti vizek határértékei

6/2009. (IV. 14.) KvVM–EüM–FVM együttes rendelet a földtani közeg és a felszín alatti víz szennyezéssel szembeni védelméhez szükséges határértékekről és a szennyezések méréséről

1. melléklet a 6/2009. (IV. 14.) KvVM–EüM–FVM együttes rendelethez

## Anyagcsoportonként

CAS szám = Chemical Abstract Service azonosító száma

$K_i$  = a veszélyességet jellemző besorolás, mely szerint K1 a minden esetben veszélyes anyagokat

B = (B) szennyezettségi határérték

1. Fémek („összes” kioldható) és félfémek (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

CAS szám		B	$K_i$
7440-47-3	Króm összes	75	K2
	Króm VI.	1	K1
7440-48-4	Kobalt	30	K2
7440-02-0	Nikkel	40	K2
7440-50-8	Réz	75	K2
7440-66-6	Cink	200	K2
7440-38-2	Arzén	15	K1
7782-49-2	Szelén	1	K2
7439-98-7	Molibdén	7	K2
7440-43-9	Kadmium	1	K1
7440-31-5	Ón	30	K2
7440-39-3	Bárium	250	K2
7439-97-8	Higany	0,5	K1
7439-92-1	Ólom	100	K2
7440-22-4	Ezüst	2	K2

2. Szervetlen vegyületek (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
	Cianid 4,5 pH	2	K1
	Cianid összes	20	K1
	Tiocianátok	1	K1

3. Alifás szénhidrogének (TPH) (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

	B	K <sub>i</sub>
Összes alifás szénhidrogén (TPH) C <sub>5</sub> -C <sub>40</sub>	100	K1

4. Benzol és alkilbenzolok (BTEX) (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
71-43-2	Benzol	0,2	K1
108-88-3	Toluol	0,5	K1
100-41-4	Etil-benzol	0,5	K1
1330-20-7	Xilolok	0,5	K1
	Egyéb alkilbenzolok összesen	0,5	K1
98-82-8	i-Propil-benzol		
103-65-1	n-Propil-benzol		
108-67-8	1,3,5-Trimetil-benzol		
98-06-6	terc. Butil-benzol		
95-63-6	1,2,4-Trimetil-benzol		
135-98-8	sec. Butil-benzol		
526-73-8	1,2,3-Trimetil-benzol		
99-87-6	i-Propil-toluol		
141-93-5	m-Dietil-benzol		
105-05-5	p-Dietil-benzol		
104-51-8	n-Butil-benzol		
99-62-7	1,3-Diizopropil-benzol		
102-25-0	1,3,5-Trietil-benzol		
611-14-3	1,2-Metil-etil-benzol		
620-14-4	1,3-Metil-etil-benzol		
622-96-8	1,4-Metil-etil-benzol		

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
108-95-2	Fenol	1	K1
1319-77-3	Krezol	0,5	K1
120-80-9	Pirokatekol	0,5	K1
108-46-3	Rezorcín	0,5	K1
	Fenolok összesen	1	K1

6. Policiklikus aromás szénhidrogének (PAH) (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
91-20-3	Naftalinok*		K1
208-96-8	Acenaftilén		K1
83-32-9	Acenaftén		K1
86-73-7	Fluorén		K1
85-01-8	Fenantrén		K1
120-12-7	Antracén		K1
206-44-0	Fluorantén		K1
129-00-0	Pirén		K1
56-55-3	Benz(a)antracén		K1
218-01-9	Krizén		K1
205-99-2	Benz(b)fluorantén		K1
207-08-9	Benz(k)fluorantén		K1
192-97-2	Benz(e)pirén		K1
50-32-8	Benz(a)pirén		K1
193-39-5	Indeno(1,2,3-cd)pirén		K1
191-24-2	Dibenz(a,h)antracén		K1
191-24-2	Benz(g,h,i)perilén		K1
	PAH-ok összesen	1	K1

	Klórfenolok összesen	0,1	K1
--	----------------------	-----	----

10. Poliklórozott bifenilek (PCB) (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
1336-36-3	PCB28, PCB52, PCB101, PCB118, PCB138, PCB153, PCB180,		K1
	a 7db PCB összesen	0,1	K1

11. Poliklórozott-dibenzo-dioxinok és dibenzo-furánok (PCDD/F) (mértékegység: ng/kg TEQ-ban szárazanyagra)

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
	PCDD/F (ng/kg TEQ-ban*)	5	K1

\* TEQ = Toxicitási Egyenérték

12. Növényvédő szerek (mértékegység: mg/kg szárazanyag)

CAS szám		B	K <sub>i</sub>
50-29-3	DDT		K1
53-19-0	o,p'-DDD		K1
72-54-8	p,p'-DDD		K1
72-55-9	DDE		K1
	DDT/DDD/DDE	0,1	K1
309-00-2	Aldrin		K1
57-74-9	Klórdán		K1
60-57-1	Dieldrin		K1
72-20-8	Endrin		K1
	Összes drin		0,1
319-84-6	α-HCH		K1
319-85-7	β-HCH		K1
319-86-8	δ-HCH		K1
58-89-9	γ-HCH		K1

**28/2004. (XII. 25.) KvVM rendelet a vízszennyező anyagok kibocsátásaira vonatkozó határértékekről**

***A közsatornába bocsátható szennyvizek szennyezőanyag tartalmának  
küszöbértékei***

Sor- szám	Megnevezés	Időszakos vízfolyásba való közvetett bevezetés esetén	Egyéb befogadóba való közvetett bevezetés esetén
1.	pH	6,5 alatt; 10 felett	6,5 alatt; 10 felett
	Szennyező anyagok	Küszöbérték (mg/l)	
2.	Dikromátos oxigénfogyasztás KOIk	1000	1000
3.	Biokémiai oxigénigény BOI5	500	500
4.	Összes szervetlen nitrogén $\text{ön}_{\text{ásv}}$	120	120
5.	Összes nitrogén $\text{ön}$	150	150
6.	Ammónia-ammónium-nitrogén	100 <sup>(1)</sup>	100 <sup>(1)</sup>
7.	10' ülepedő anyag	150 <sup>(2)</sup>	150 <sup>(2)</sup>
8.	Összes foszfor, P <sub>összes</sub>	20	20
9.	Szerves oldószer extrakt (olajok, zsírok)	50 <sup>(3)</sup>	50 <sup>(3)</sup>
10.	Ásványi olajok <sup>(4)</sup>	5	10
11.	Fenolok (Fenolindex)	5	10
12.	Kátrány	1	5
13.	Összes vas	10	20
14.	Összes magán	5	5
15.	Szulfid	0,5	1
16.	Szulfát	400	400
17.	Aktív klór	30	30
18.	Összes só	2500	2500
19.	Fluoridok	20	50
	Veszélyes és mérgező anyagok		
20.	Összes arzén	*	0,2
21.	Összes bárium	*	0,5
22.	Cianid, könnyen felszabaduló	0,1	0,1
23.	Összes cianid	1	1

24.	Összes ezüst	*	0,2
25.	Összes higany	*	0,05
26.	Összes cink	*	2
27.	Összes kadmium	*	0,1
28.	Összes kobalt	*	1
29.	Króm VI	*	0,5
30.	Összes króm	*	1
31.	Összes ólom	*	0,2
32.	Összes ón	*	2
33.	Összes réz	*	2
34.	Összes nikkel	*	1
35.	Molibdén	*	0,5

36.	BTEX (benzol, toluol, etilbenzol, xilol) <sup>(5)</sup>	*	0,1
37.	Szerves oldószer <sup>(5)</sup>	*	0,1
38.	Azbeszt	30	30
39.	Toxicitás	LC 50% Higítási arány (Halteszt)	LC 50% Higítási arány (Halteszt)
40.	Hőmérséklet	40 °C	40 °C

(1) A küszöbértéket 24 órás átlagmintára kell megállapítani az állati hulladék ártalmatlanítás és hasznosítás technológiából származó szennyvizekre (II. rész, 36. Fejezet).

(2) Csak, ha a 10 perces ülepedésnél a lebegőanyag tartalom nagyobb, mint  $5 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{m}^3$ .

(3)  $100 \text{ m}^3/\text{d}$  kibocsátás alatt a határérték növényi és állati eredet esetén háromszoros, fölötte kétszeres.

(4)  $10 \text{ m}^3/\text{d}$  kibocsátás felett.

(5) A határérték  $10^{-3} \text{ m}^3/\text{m}^3$ -ben van kifejezve.

\* A veszélyes és mérgező anyagok időszakos vízfolyásba való, közvetett bevezetése esetén a küszöbértékeket a 10/2000. (VI. 2.) KöM-EüM-FVM-KHVM együttes rendelet 3. sz. melléklete B szennyezettségi határértékeinek megfelelően kell megállapítani az 5. számú táblázat minimum és maximum értékei között az elővizsgálati eredmények figyelembevételével.”

# HULLADÉKOK

## 72/2013. (VIII. 27.) VM rendelet a hulladékjegyzékről

A	B
Azonosító kód főcsoport száma:	A hulladékjegyzék főcsoportjainak megnevezése:
01	ÁSVÁNYOK KUTATÁSÁBÓL, Bányászatából, Kőfejtéséből, Fizikai és kémiai kezeléséből származó hulladék
02	Mezőgazdasági, kertészeti, akvakultúrás termelésből, Erdőgazdálkodásból, Vadászatból, Halászatból, Élelmiszer-előállításból és feldolgozásból származó hulladék
03	Fafeldolgozásból és falemez-, Bútor-, Cellulóz rost szuszpenzió-, Papír- és kartongyártásból származó hulladék
04	Bőr-, Szőrme- és textilipari hulladék
05	Kőolajfinomításból, földgáztisztításból és a kőszén pirolitikus kezeléséből származó hulladék
06	Szervetlen kémiai folyamatból származó hulladék
07	Szerves kémiai folyamatból származó hulladék
08	Bevonatok (festékek, lakkok és zománcok), ragasztók, tömítőanyagok és nyomdafestékek gyártásából, kiszereeléséből, forgalmazásából és felhasználásából származó hulladék
09	Fényképészeti ipar hulladéka
10	Termikus gyártásfolyamatból származó hulladék
11	Fémek és egyéb anyagok kémiai felületkezeléséből és bevonásából származó hulladék; nemvas fémek hidrometallurgiai hulladéka
12	Fémek, műanyagok alakításából, fizikai és mechanikai felületkezeléséből származó hulladék
13	Olajhulladék és a folyékony üzemanyag hulladéka (kivéve az étolaj, valamint a 05, a 12 és a 19 főcsoportban meghatározott hulladék)
14	Szerves oldószer-, hűtőanyag- és hajtógázhulladék (kivéve a 07 és a 08 főcsoportban meghatározott hulladék)
15	Csomagolási hulladék; közelebből meg nem határozott felítató anyagok (abszorbensek), törülőkendők, szűrőanyagok és vedőruházat
16	A hulladékjegyzékben közelebből meg nem határozott hulladék
17	Építési-bontási hulladék (beleértve a szennyezett területekről kitermelt földet is)
18	Emberök vagy állatok egészségügyi ellátásából és/vagy az azzal kapcsolatos kutatásból származó hulladék (kivéve a konyhai és éttermi hulladék, amely nem közvetlenül egészségügyi ellátásból származik)
19	Hulladékkezelő létesítményekből, a szennyvizet a képződésük telephelyén kívül kezelő szennyvíztisztítókból, valamint az ivóvíz és ipari víz szolgáltatásból származó hulladék
20	Települési hulladék (háztartási hulladék és a háztartási hulladékhöz hasonló, kereskedelmi, ipari és intézményi hulladék), ideértve az elkülönítetten gyűjtött frakciót is



# **A környezetanalitika feladata**

- **A szennyezők kibocsátásának ellenőrzése (emisszió)**
- **A környezeti állapot (imisszió) vizsgálata**
- **A szennyezés terjedésének a vizsgálata (transzmisszió)**

# Mintavétel

Ideális esetben a vizsgálandó környezeti elem teljes egészét kellene vizsgálni, de ez a nagy terjedelmek, az analitikai mérés idő-és költségigénye miatt lehetetlen.

A vizsgálandó környezeti elemnek csak egy részét vizsgáljuk, azaz mintát veszünk belőle, amely az elemzendő jellemzőkre nézve jó reprezentálja az eredeti sokaságot.



REPREZENTATÍV MINTAVÉTEL

**A környezetvédelmi analitikában a hibák 90%-át a mintavételnél követik el!  
Fontos a mintavételi stratégia kidolgozása!**

# Mintavételi stratégia

A mintavétel céljának meghatározása

lokális összetétel (pl. a patak szennyezettsége a szennyvíztisztítónál)

átlagos összetétel (pl. Duna víz szennyezettségének felmérése)

homogén (termálvíz)

heterogén (Duna víz, 8 hektáros szántóföld)

A mintavételi hely kiválasztása

A komponensek és az optimális analitikai módszer kiválasztása

befolyásolja a mintamennyiséget, a mintavevő edényzetet, a tárolást, a tartósítási eljárást

A mintaszám és a mintavételi idő meghatározás

időben változó összetétel

A mintagyűjtés módszerének meghatározása


A mintatartósítás meghatározása

nem létezik univerzális mintatartósítási eljárás!

# A mintavétel dokumentálása

Rögzíteni kell:

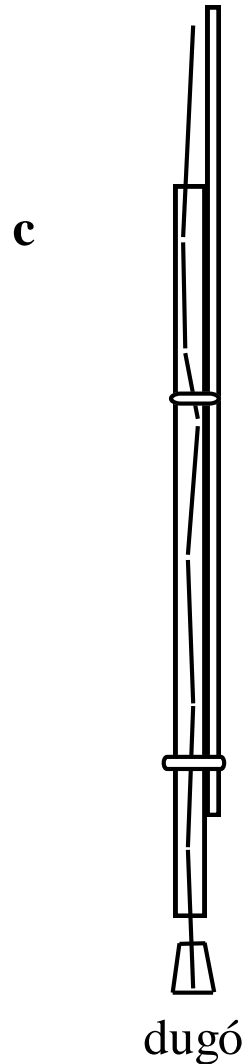
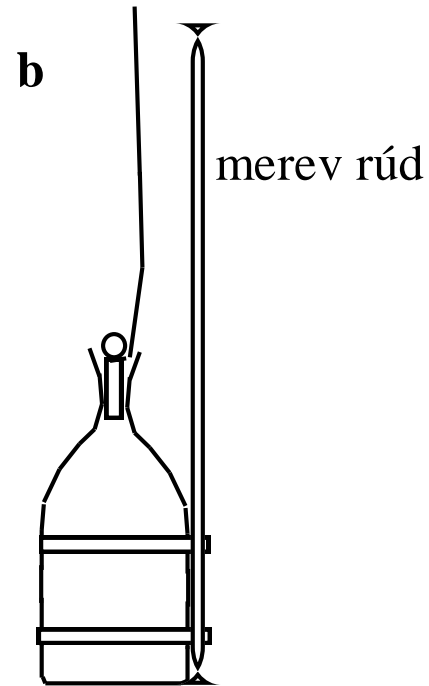
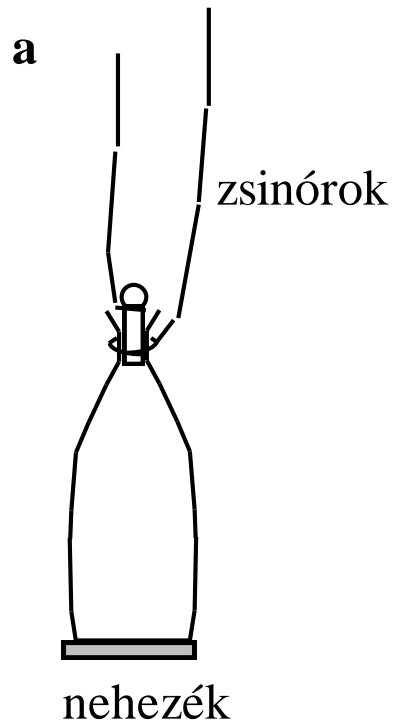
- a meghatározandó paraméterek listáját,
- a mintavétel helyét és idejét,
- a minták számát,
- a mintavételi pontok sűrűségét,
- a mintavétel időbeni gyakoriságát,
- a minták típusát, a minta mennyiségét,
- a mintavételezési módszereket, minták kezelését (pl. helyszíni szűrés) és tartósítását,
- a majdani vizsgálati módszert.

 <b>DINAX VÍZVIZSGÁLÓ LABORATÓRIUM</b>		<b>MINTAVÉTELI JEGYZŐKÖNYV ÉS VIZSGÁLATI MEGRENDELŐLAP</b>			<b>Dinax Vízkezelési és Szervezetfejlesztési Kft.</b> 1163 Budapest, Sárga rózsza u. 13/b 06-1/403-0937 <a href="http://www.dinax.hu">www.dinax.hu</a> , <a href="mailto:dinax@dinax.hu">dinax@dinax.hu</a>	
<b>Cégnév / név:</b> Cím: tel.:					<b>Kapcsolattartó (ha eltér):</b> neve: elérhetősége:	
<b>Vizsgálati Jegyzőkönyv átvétele:</b> <input type="checkbox"/> személyesen értezőn <input type="checkbox"/> postán <input type="checkbox"/> faxon <input type="checkbox"/> e-mailben, erre a címre:.....					<b>Vízkezelési javaslatot kér:</b> <input type="checkbox"/> igen <input type="checkbox"/> nem	
<b>Mintavétel helye:</b> <b>Mintavétel ideje (Év, hónap, nap, óra):</b>					<b>Mintavevő neve:</b>	
Minta sorszáma	Minta megnevezése Pl.: konyhai csap, fűtő kút, medence stb.	Minta jellege Pl.: ivóvíz / felszíni víz / felszín alatti víz / szennyvíz / mesterséges fürdővíz	Mintavétel módja Pl.: kifolyatás csapból / szivattyúzás / kézi klemelés / merítés / egyéb	Mintatároló edény Pl.: ásványvízes palack / üveg palack / egyéb	Minta tartósítás van (hűtés, vegyszer) / nincs	Azonosító Laboratórium tölti ki
1.						
2.						
3.						
<b>Körülmények, megjegyzések</b> (a mintavételi ajánlástól való eltérések, a vizsgálandó vízzel kapcsolatos észrevételek, a vizsgálat célja):						
<b>Kért vizsgálatok:</b> <input type="checkbox"/> Ivóvíz kémiai alapvizsgálat (pH, vez.kép., $KOI_{ps}$ , ammónium, nitrit, nitrát, klorid, szulfát, lúgosság, összes keménység, kalcium, magnézium, vas, mangán) <input type="checkbox"/> Fürdővíz kémiai alapvizsgálat (pH, fajlagos elektromos vez. kép., ammónium, nitrit, nitrát, $KOI_{ps}$ , klorid, lúgosság, keménység) <input type="checkbox"/> vízegyensúly (teljes lúgosság, pH, hőmérséklet, keménység alapján SI index számítása) ..... °C hőmérsékleten (adja meg a mintázott víz hőmérsékletét) <input type="checkbox"/> Mikroszkópos vizsgálat <input type="checkbox"/> Alumínium <input type="checkbox"/> Fluorid <input type="checkbox"/> $KOI_{ps}$ <input type="checkbox"/> Nitrát <input type="checkbox"/> Összes keménység <input type="checkbox"/> Szulfid <input type="checkbox"/> Ammónium <input type="checkbox"/> Oldott foszfát <input type="checkbox"/> Lúgosság <input type="checkbox"/> Oldott oxigén <input type="checkbox"/> Vas <input type="checkbox"/> Bepárlási maradék <input type="checkbox"/> Kalcium <input type="checkbox"/> Magnézium <input type="checkbox"/> Összes foszfát <input type="checkbox"/> pH <input type="checkbox"/> Egyéb vizsgálat: <input type="checkbox"/> Cianursav (gyorsteszt) <input type="checkbox"/> Klorid <input type="checkbox"/> Mangán <input type="checkbox"/> Összes oldott anyag <input type="checkbox"/> Szilícium-dioxid                      ..... <input type="checkbox"/> Vezetőképesség <input type="checkbox"/> Klorit <input type="checkbox"/> Nitrit <input type="checkbox"/> Összes keménység <input type="checkbox"/> Szulfát                      .....						
<b>Mintaátadás ideje (Év, hónap, nap, óra):</b>			<b>Mintaátadó aláírása:</b>		<b>Mintaátvevő aláírása:</b>	

# Vízelemzési célok

- ivóvíz, ásványvíz, termásvíz minőségének ellenőrzése,
  - kibocsátás (ipari technológia),
  - technológia ellenőrzése,
  - szennyvíz kimenő,
  - felszíni víz,
  - talajvíz,
  - mélységi víz, stb. vizsgálata.
- 
- Tájékoztató, gyors helyszíni vizsgálat, labor vizsgálat

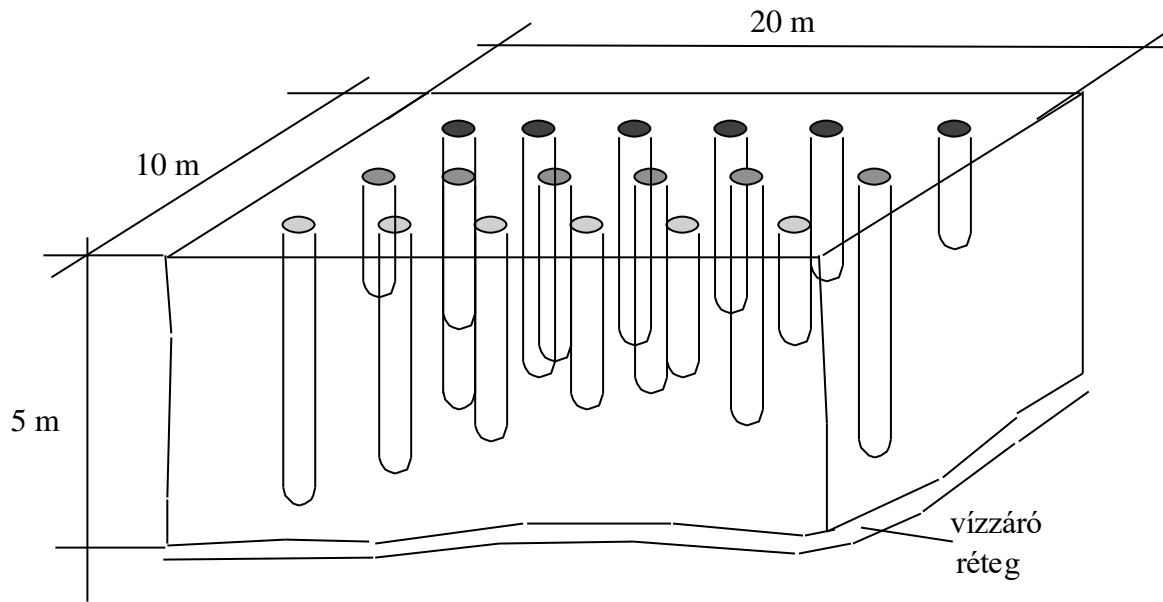
# Víz mintavétel



**Edényzet:**

műanyag (fémszennyezőkhöz)  
üveg, szerves szennyezésekhez

# Talaj mintavétel

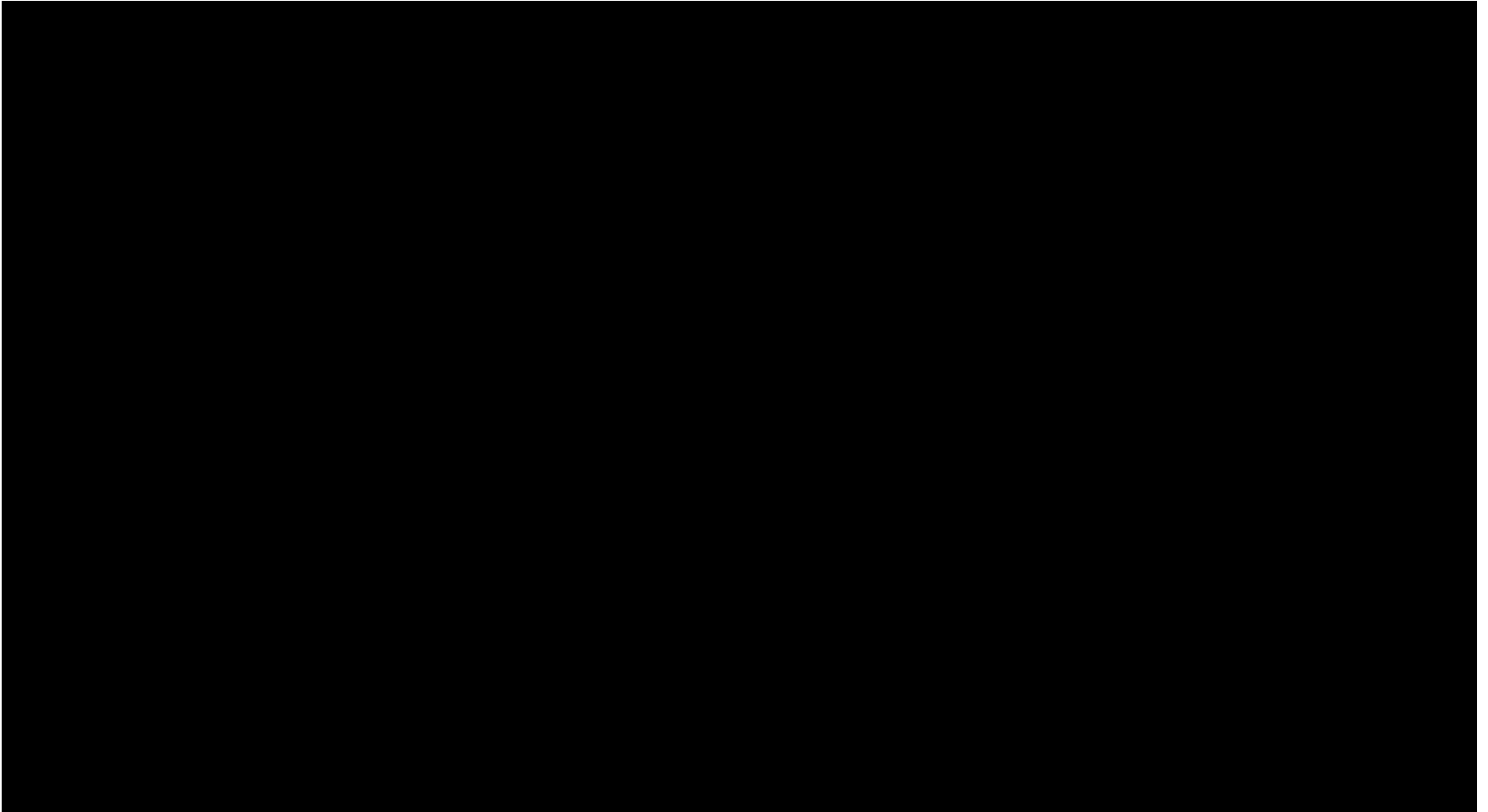




# Általános előkészítés és mérés víz mintavételekor

- **Hőmérséklet, szabad CO<sub>2</sub>, oldott O<sub>2</sub>, lebegőanyag, pH, vezetőképesség mérése a helyszínen**
- **Tartósítás**
  - a minta hűtése 4 °C-ra,
  - savas körülmények (pH ~2) létrehozása
  - lúgos körülmények (pH ~12)
  - oxidáló szerek alkalmazása (HNO<sub>3</sub> és K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)
  - oldószerek (kloroform, széntetraklorid)
  - dezinficiáló szerek (HgCl<sub>2</sub>) alkalmazása
- **Szállítás**
- **Szűrés: 0,45 µm-es membránszűrő, tárolás**
- **Törzsoldatkészítés**

# Vízmintavétel és helyszíni mérés



<https://www.youtube.com/watch?v=t13XnjQhPlc>

# Mintaelőkészítés

- Extrakció
- Dúsítás – hígítás
- Származékképzés
- Roncsolás (mineralizálás), feltárás – szervesetlen szennyezők

# Szerves szennyezők csoportosítása

VOC – volatile organic compound (illékony szerves szennyezők)

- inert gázzal kihajthatók, gázkromatográfiásan elemezhetők

Például: BTEX, szerves oldószerek, ftálsavészterek

SVOC – semivolatile organic compound (közepesen illékony szerves szennyezők)

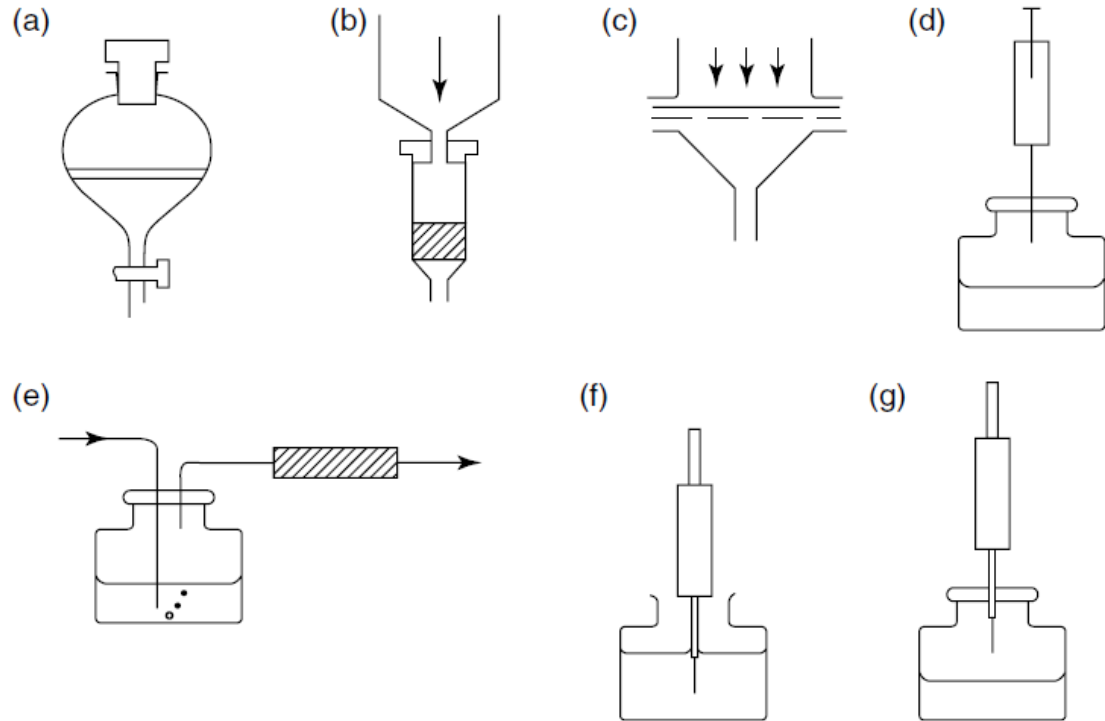
- 350°C alatt elpárologtathatók, gázkromatográfiásan közvetlenül elemezhetők

Például: dioxinok, dibenzofuránok, klórozott peszticidek

NVOC – non-volatile organic compound (nem illékony szerves szennyezők)

Például: egyéb peszticidek

# Extraktív módszerek szerves szennyezők meghatározására vízmintákból



## Folyadék-folyadék extrakció

(SVOC, NVOC)

- rázóüveges extrakció **a)**
- ultrahangos extrakció

## Szilárd fázisú extrakció (SPE)

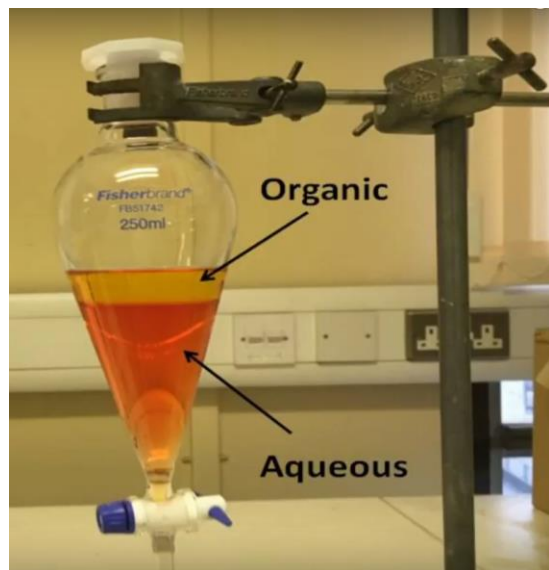
(SVOC, NVOC)

- SPE **b) c)**
- SPME szilárd fázisú mikroextrakció (immerziós) **f)**
- SPME-HS-GC **g)**

## Gázextraktív módszerek (VOC)

- „kihajtás és csapdázás” („purge and trap”) **e)**
- automatikus gőztér analízis (HS-GC/head space gas chromatography) **d)**

# Folyadék-folyadék extrakció - LLE

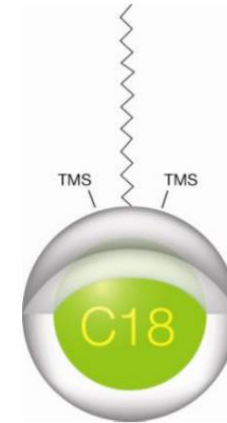
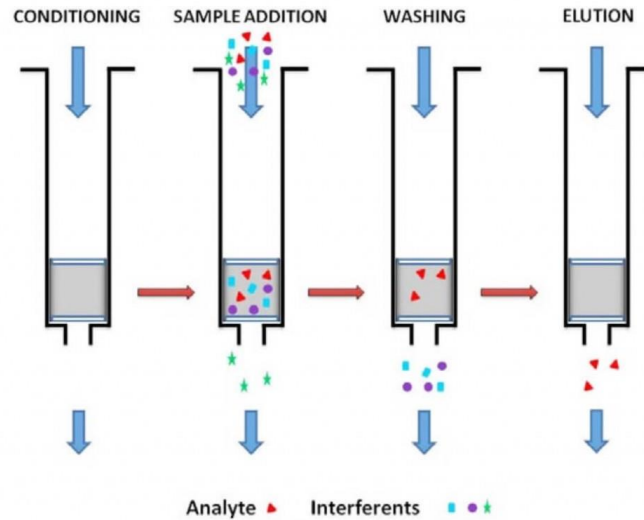


$$K = \frac{c_{\text{szerves}}}{c_{\text{vizes}}} \quad F = \frac{V_{\text{szerves}}}{V_{\text{vizes}}}$$

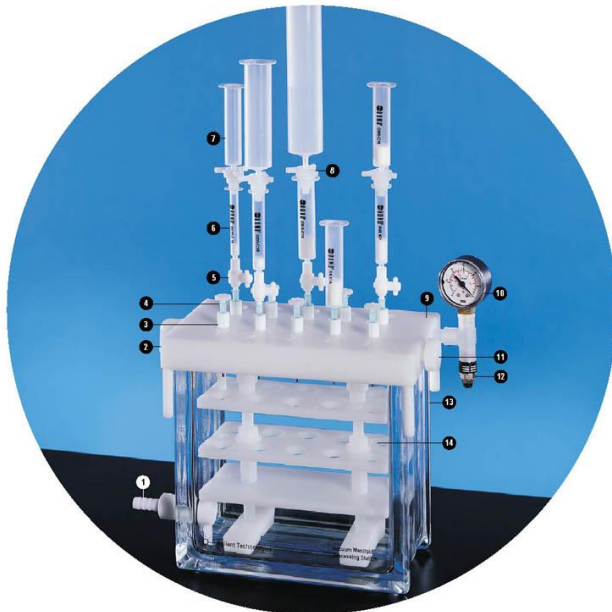
$$R = 100 \cdot \frac{n_{\text{szerves}}}{n_{\text{vizes}} + n_{\text{szerves}}} = 100 \cdot \frac{K \cdot F}{1 + K \cdot F}$$

K – megoszlási hányados  
c – a komponens koncentrációja  
V – az adott fázis térfogata  
F – fázisarány  
R – kinyerési hatásfok (%)

# Szilárd fázisú extrakció - SPE



Schematic representation of SPE clean-up procedure

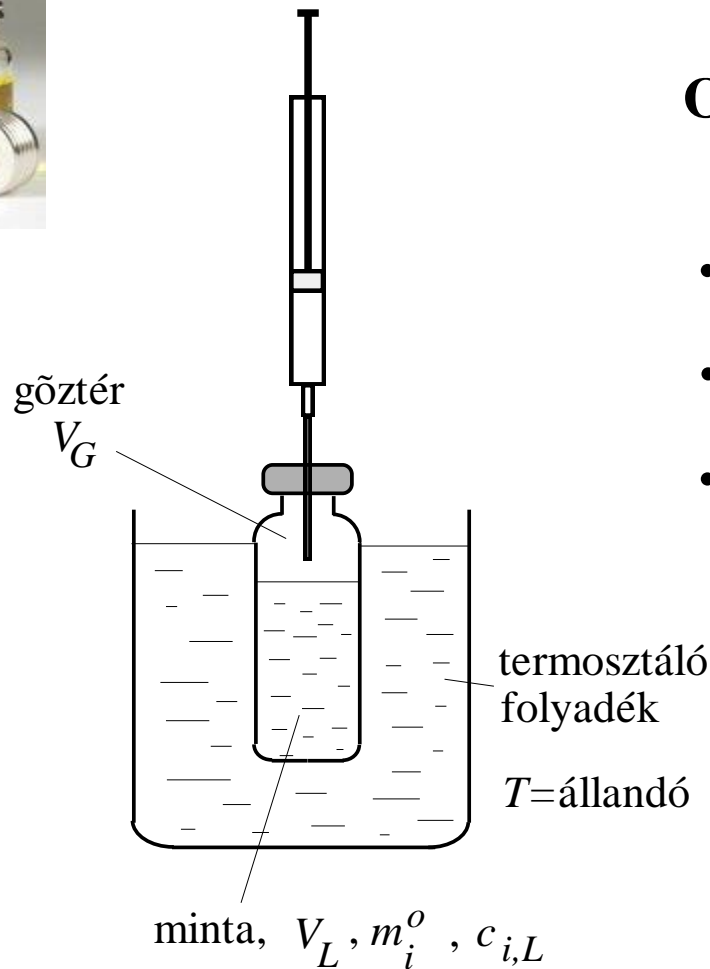


# Szilárd fázisú mikroextrakció - SPME





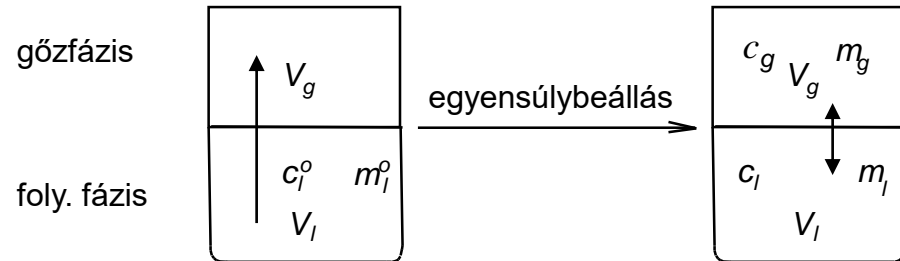
# Sztatikus gőztéranalízis (HS: headspace)



## Oldhatóság csökkentése:

- hőmérséklet emelése
- kisózás
- kevertetés

# Anyagmérleg



Anyagmérleg:

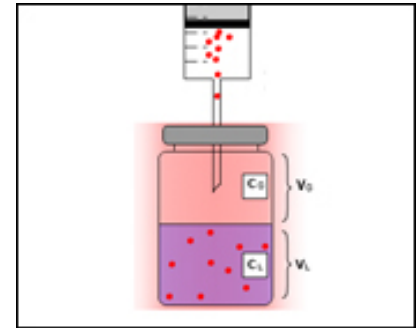
$$m_l^o = m_l + m_g$$

Megoszlási hányados:

$$K = \frac{c_l}{c_g}$$

Fázisarány:

$$\beta = \frac{V_g}{V_l}$$



$$c_l^o V_l = c_l V_l + c_g V_g = c_g K V_l + c_g V_g$$

$$c_l^o = c_g (K + \beta)$$

# Standard addíció

Ismeretlen minta

$$c_l^o = c_{g,1}(K + \beta) \longrightarrow A_1$$

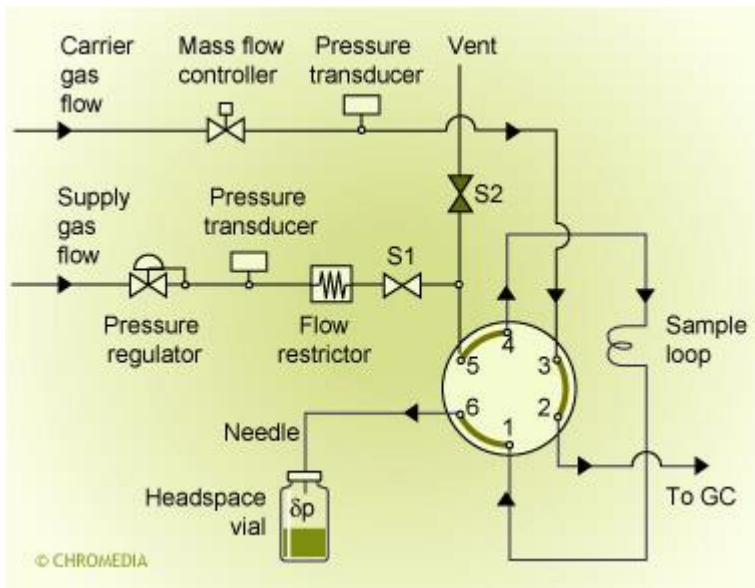
Ismeretlen minta +  
ismert mennyiségű,  
ismert koncentrációjú standard

$$c_l^o + c_{ismert} = c_{g,2}(K + \beta) \longrightarrow A_2$$

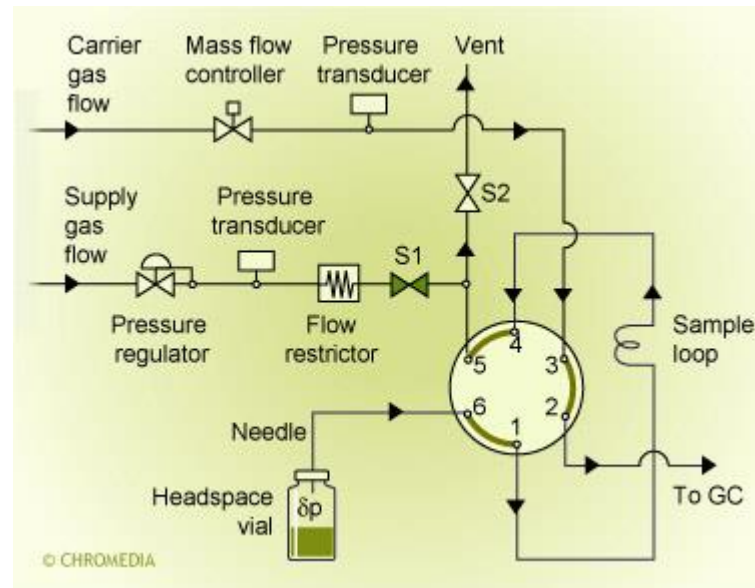
$$\frac{A_1}{A_2} = \frac{c_l^o}{c_l^o + c_{ismert}}$$

$$c_l^o = \frac{A_1 \cdot c_{ismert}}{(A_2 - A_1)}$$

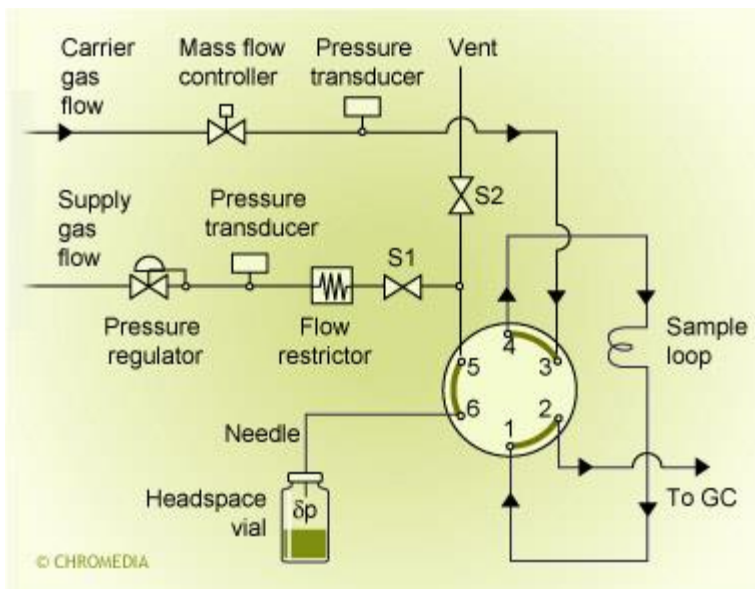
# Mintahurkos mintabevitel



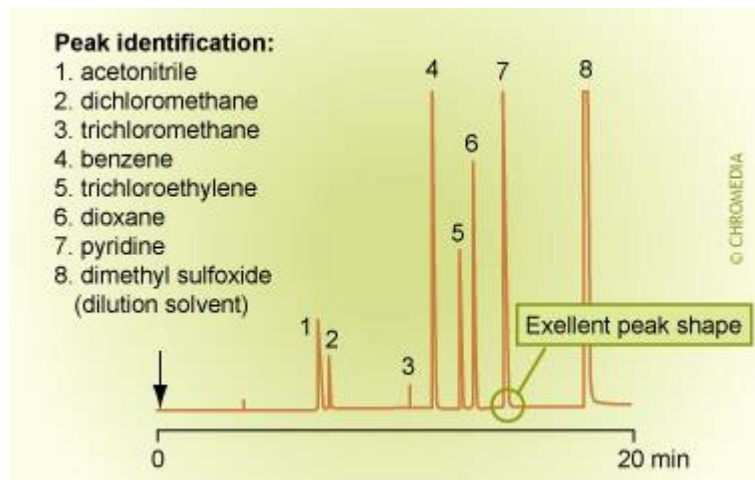
Nyomás alá helyezés



Hurok feltöltés



Injektálás



# Mintahurkos mintabevitel

## HPLC Instrumentation 19 - The Autosampler

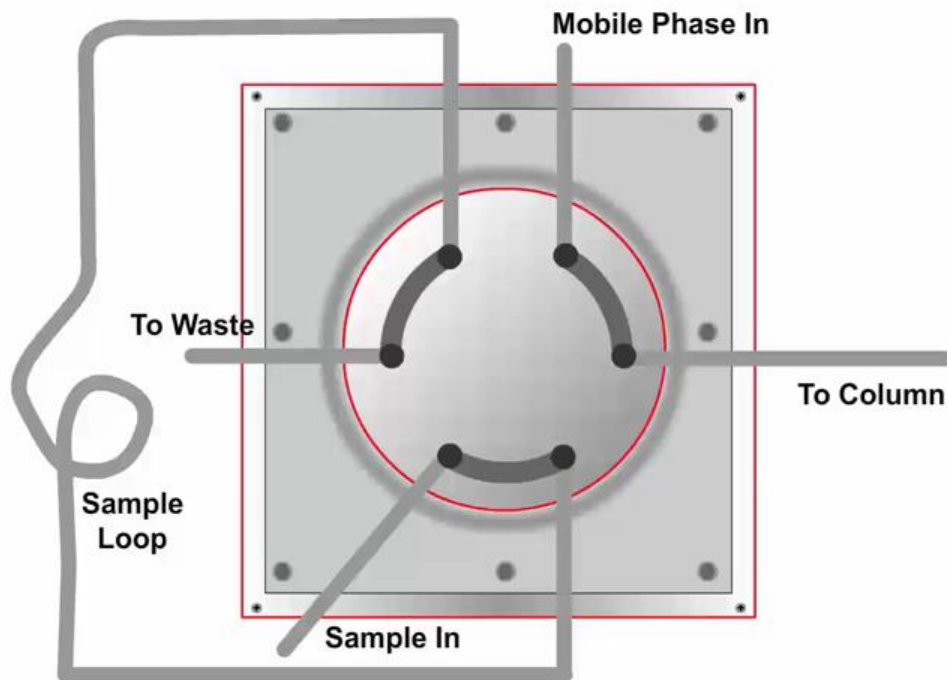
### Sampling Valve

The autosampler is located between the pump and the column. The aim of the autosampler is to introduce the sample into the high pressure mobile phase flow without an interruption to the flow.

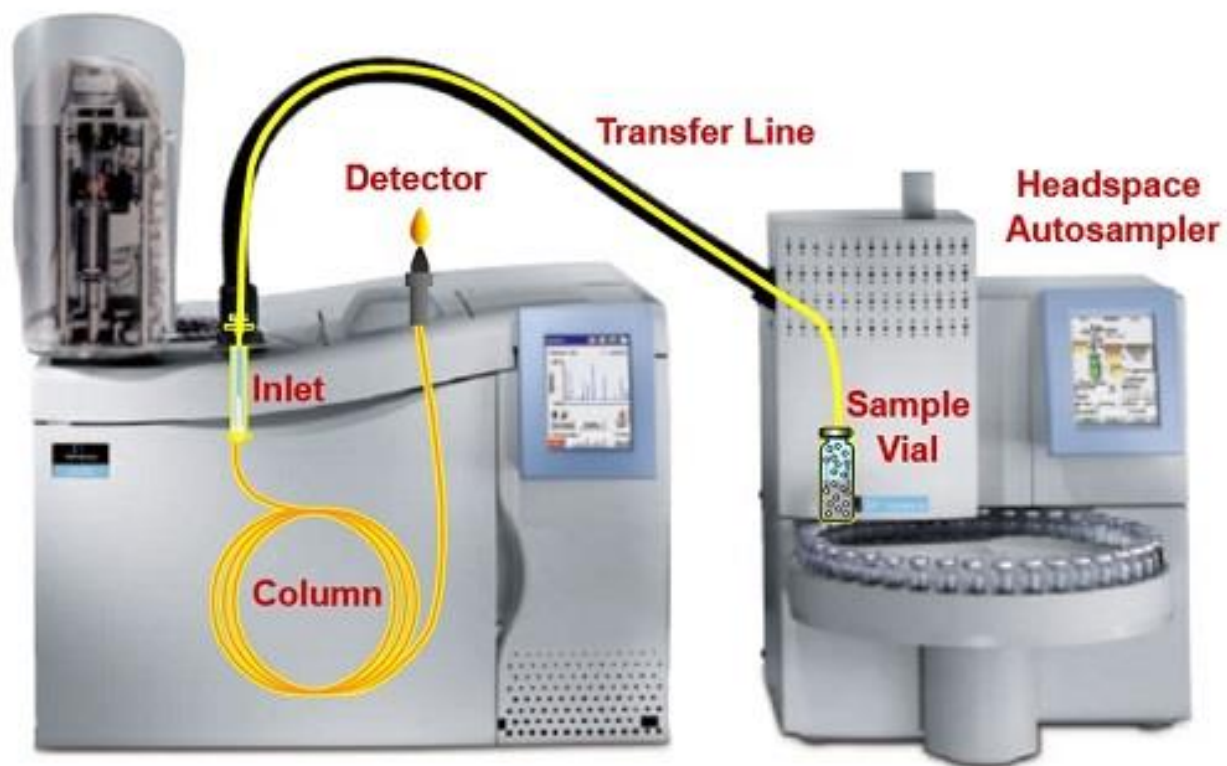
The principle of a sampling valve is to 'park' the sample in a sample loop while flow is maintained through the column. Introducing the sample into the loop can then occur at atmospheric pressure. Once the loop has been filled, the switching valve then rotates and the sample is introduced into the high pressure system.

This animation shows a typical six-port valve in action.

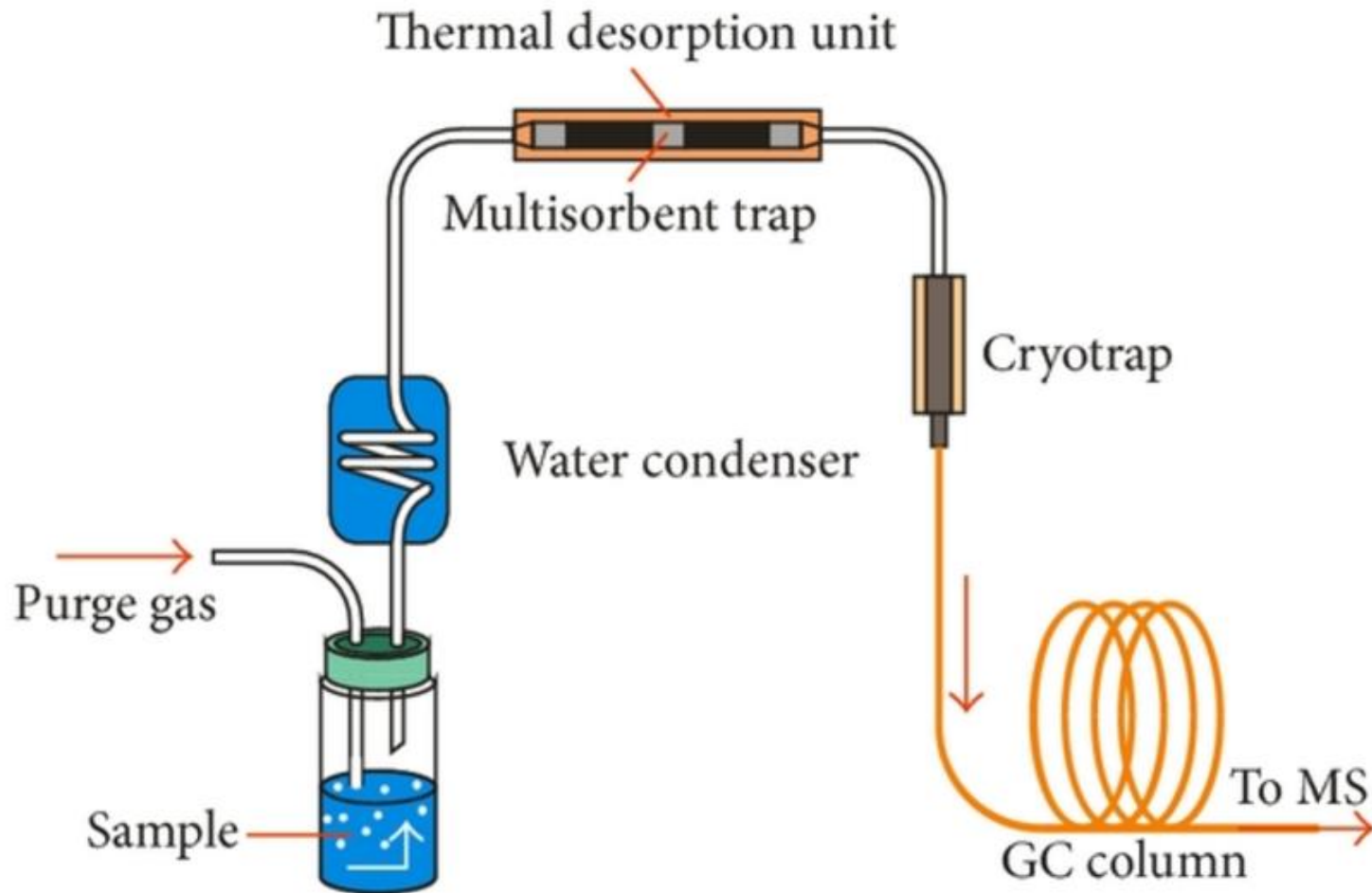
**Ardent**  
scientific



## Headspace-GC Instrument Diagram

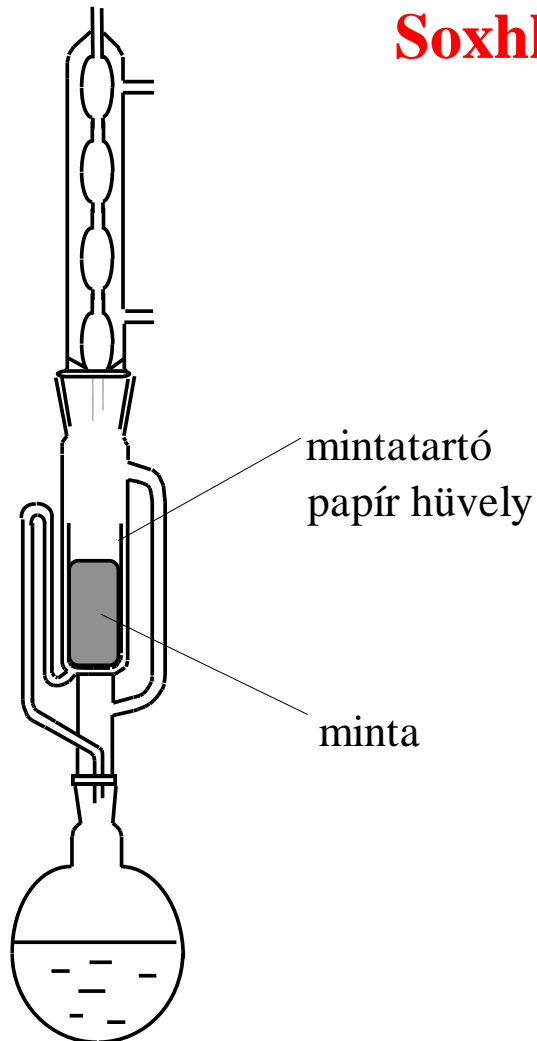


# Automatikus „purge and trap” – „kihajtás és csapdázás” rendszer



# Extrakciós módszer szerves szennyezők meghatározására talaj, üledék, hulladék mintákból

## Soxhlet extrakció





# Garé



# Vizsgálati módszerek

## Szervetlen alkotók:

- titrimetria: **savasság, lúgosság, keménység**
- potenciometria: **pH**
- konduktometria: **vezetőképesség**
- ionkromatográfia: **anionok (fluorid, klorid, nitrit, nitrát, foszfát, stb.)**
- spektrofotometria: **ammónia, aktív klór**
- GC: **vízben oldott gázok: O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>**
- atomspektroszkópia: **fémek**

## Szerves alkotók

- GC: **vízben oldott gázok: metán, szénhidrogének**
- titrimetria: **KOI<sub>Cr</sub>, KOI<sub>perm</sub>, BOI<sub>5</sub>**
- spektrofotometria: **fenol, TOC (TC=IC+TOC)**
- GC, GC-MS: **EPH, TPH, PAH, PCB, BTEX, dioxinok**
- HS-GC, HS-GC-MS: **VPH, trihalometán**
- HPLC: **PAH**

# Szervetlen alkotók analízise

- **Savasság:**

- A vizek savasságát a savasan hidrolizáló sók és savak okozzák. A savasságot a semlegesítéshez szükséges erős bázis mennyiségével határozzuk meg: 1 dm<sup>3</sup> vízmintához, hány mmol NaOH-t kell adnunk, hogy elérjük a pH = 8,3 –as értéket.

- **Lúgosság:**

- Szabad vagy fenolftalein (p) lúgosság: 0,1 M HCl fogyás, ha a semlegesítést pH = 8,3-ig (a fenolftalein átcsapása) végezzük. Összes vagy metilnarancs (m) lúgosság: 0,1 M HCl fogyás, ha a semlegesítést pH = 4,5-ig (a metilnarancs átcsapása) végezzük

- **Vízkeménység:**

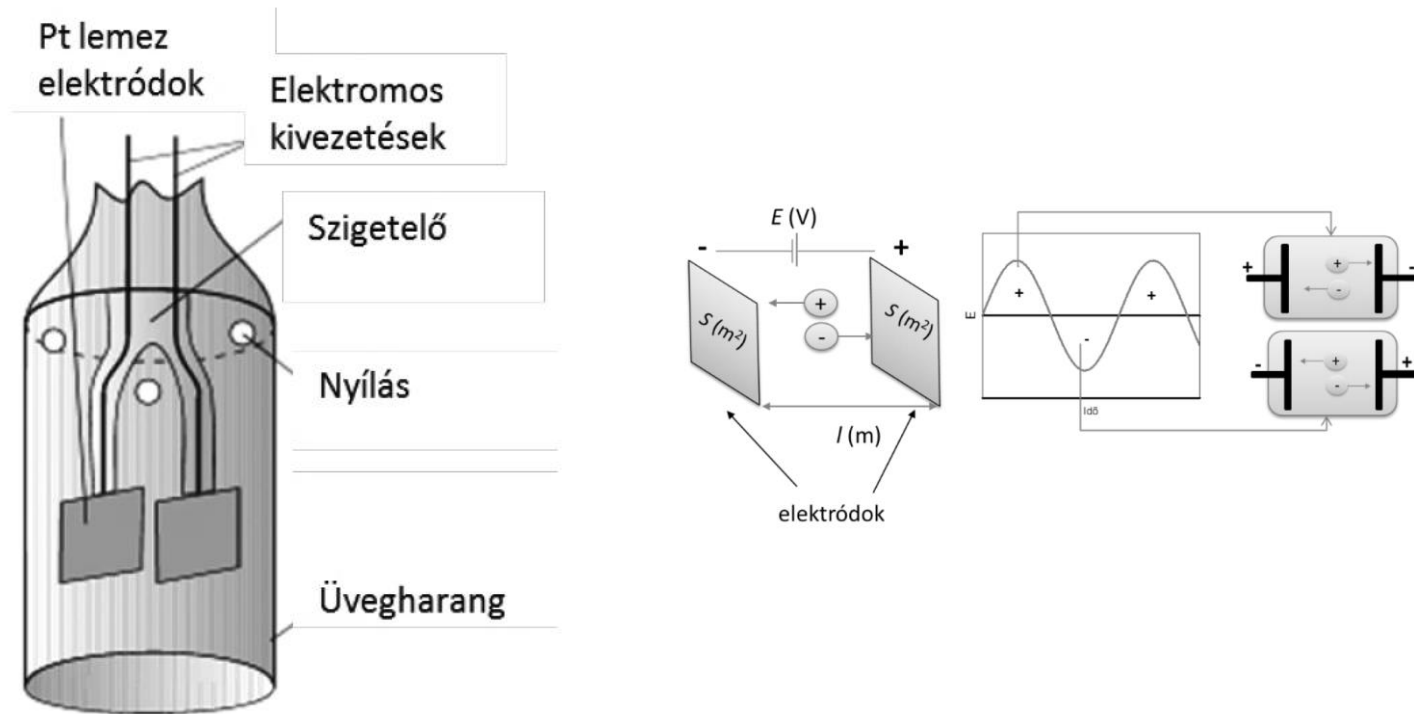
- 1 német keménységi fok 1000 ml vízben oldott 10 mg CaO-val egyenértékű Ca és Mg.
- Meghatározása komplexometriás (EDTA) titrálással Patton Reeder (Ca) és eriokrómfekete T (Mg+Ca) indikátorok jelenlétében bázikus közegben.

- **pH**

- **vezetőképesség**

Keménység (nK <sup>o</sup> )	Minősítés
4-8	lágy víz
8-12	közepesen kemény
12-18	eléggé kemény
18-30	kemény víz
30 felett	igen kemény

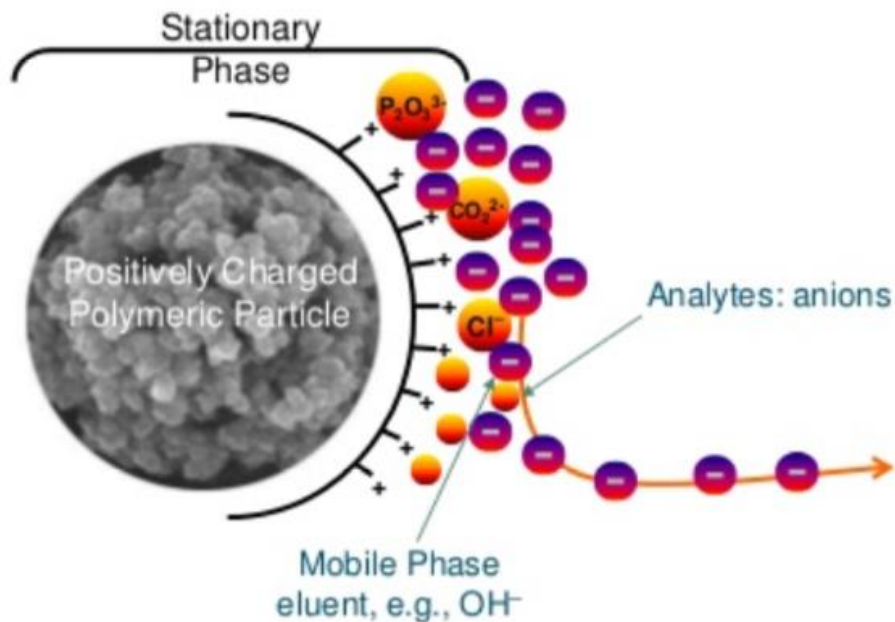
# Vezetőképességmérés (konduktometria)



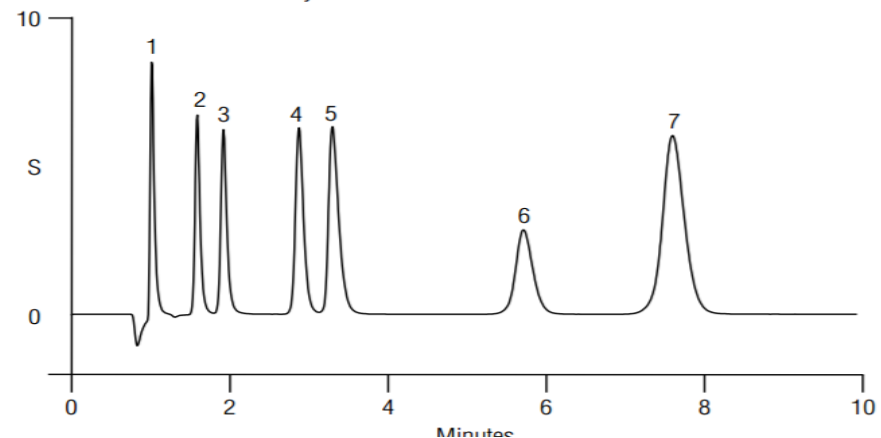
Az oldatban levő ionok vezetik az elektromos áramot. A platina elektródok közé váltakozó feszültséget kapcsolva mérjük az áthaladó elektromos áramot. A vezetés ( $I/U$ ) többek között az ionok koncentrációjával arányos.

# Anionok meghatározása: IONKROMATOGRÁFIA

- **Állófázis:** kis kapacitású kvaterner ammónium ion
- **Mozgófázis:** 0,01 M  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{OH}^-$
- **Minta:**  $\text{F}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{I}^-$ ,  $\text{ClO}_4^-$ ,  $\text{BrO}_3^-$



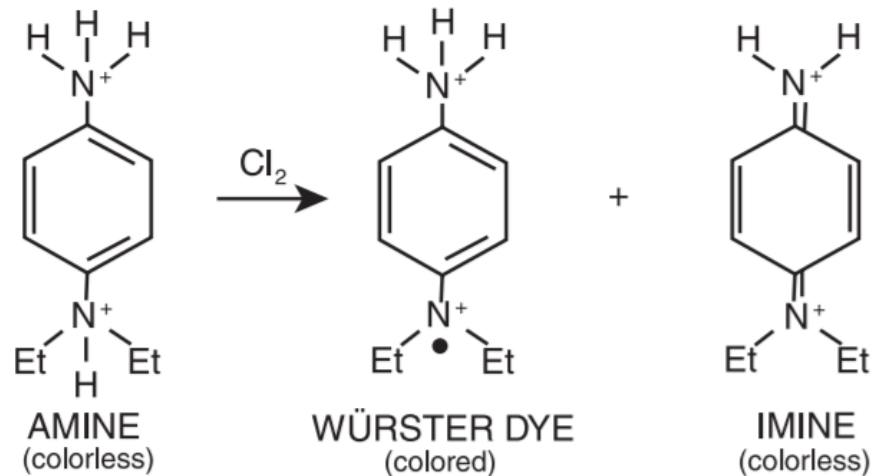
Column:	IonPac AG4A-SC, AS4A-SC	Peaks:	1. Fluoride	2 mg/L (ppm)
Eluent:	1.7 mM sodium bicarbonate/ 1.8 mM sodium carbonate		2. Chloride	3
Flow Rate:	2.0 mL/min		3. Nitrite	5
Inj. Volume:	50 $\mu\text{L}$		4. Bromide	10
Detection:	Suppressed conductivity, ASRS ULTRA recycle mode		5. Nitrate	10
			6. Phosphate	15
			7. Sulfate	15





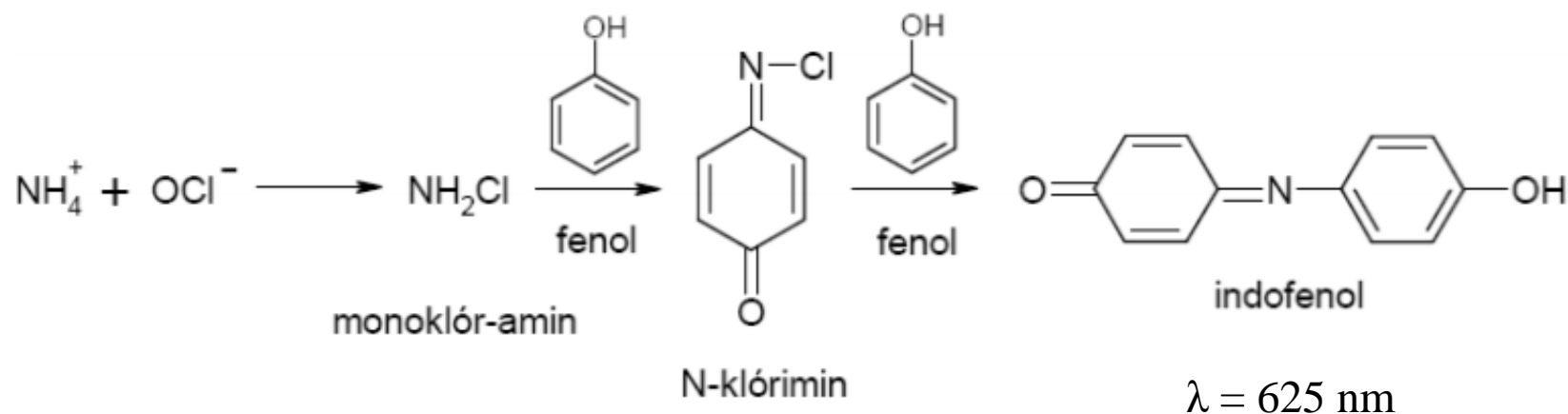
# Aktív klór

- jodometriás mérés (alsó mérés határ 1 mg/l):
  - $2 \text{KI} + \text{Cl}_2 = 2 \text{KCl} + \text{I}_2$
  - $\text{I}_2 + 2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 2 \text{NaI} + \text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$
- spektrofotometriás mérés (pH=6,0-6,5)



$\lambda = 490-555 \text{ nm}$

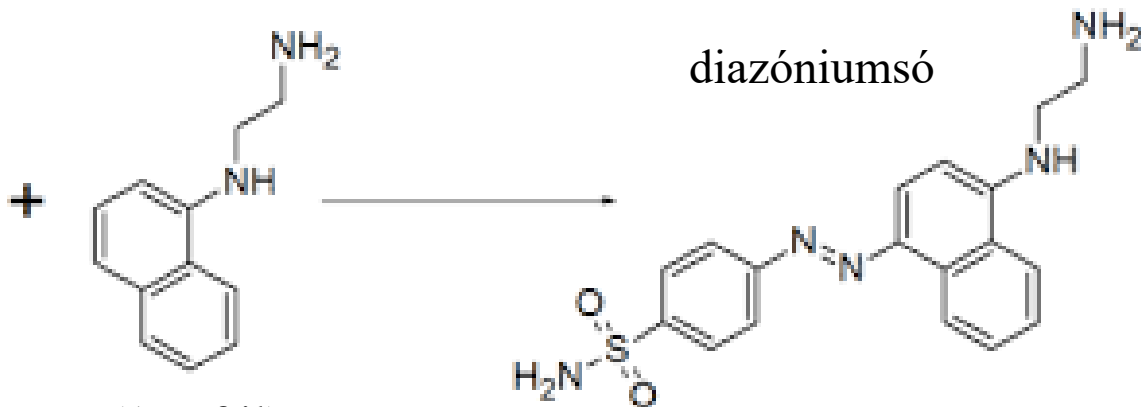
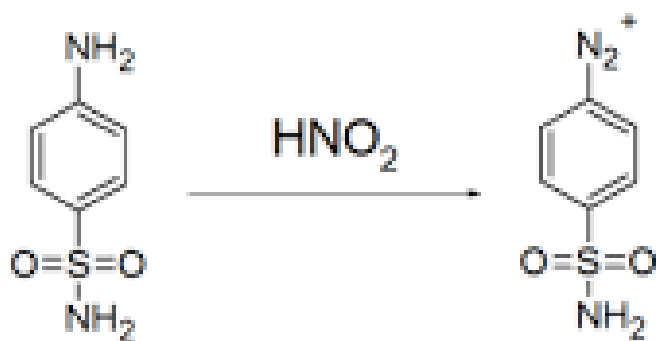
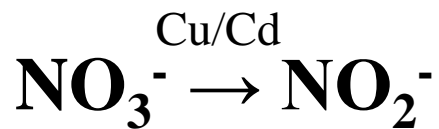
# $\text{NH}_4^+$ meghatározása



**Az ammónium ion hipokloritok jelenlétében lúgos közegben fenollal illetve fenolvegyületekkel reakcióba lép és kék (a reagens sárga színe miatt zöld) színű indofenol keletkezik. Ez spektrofotometriásan mérhető.**



# Nitrit, nitrát meghatározása

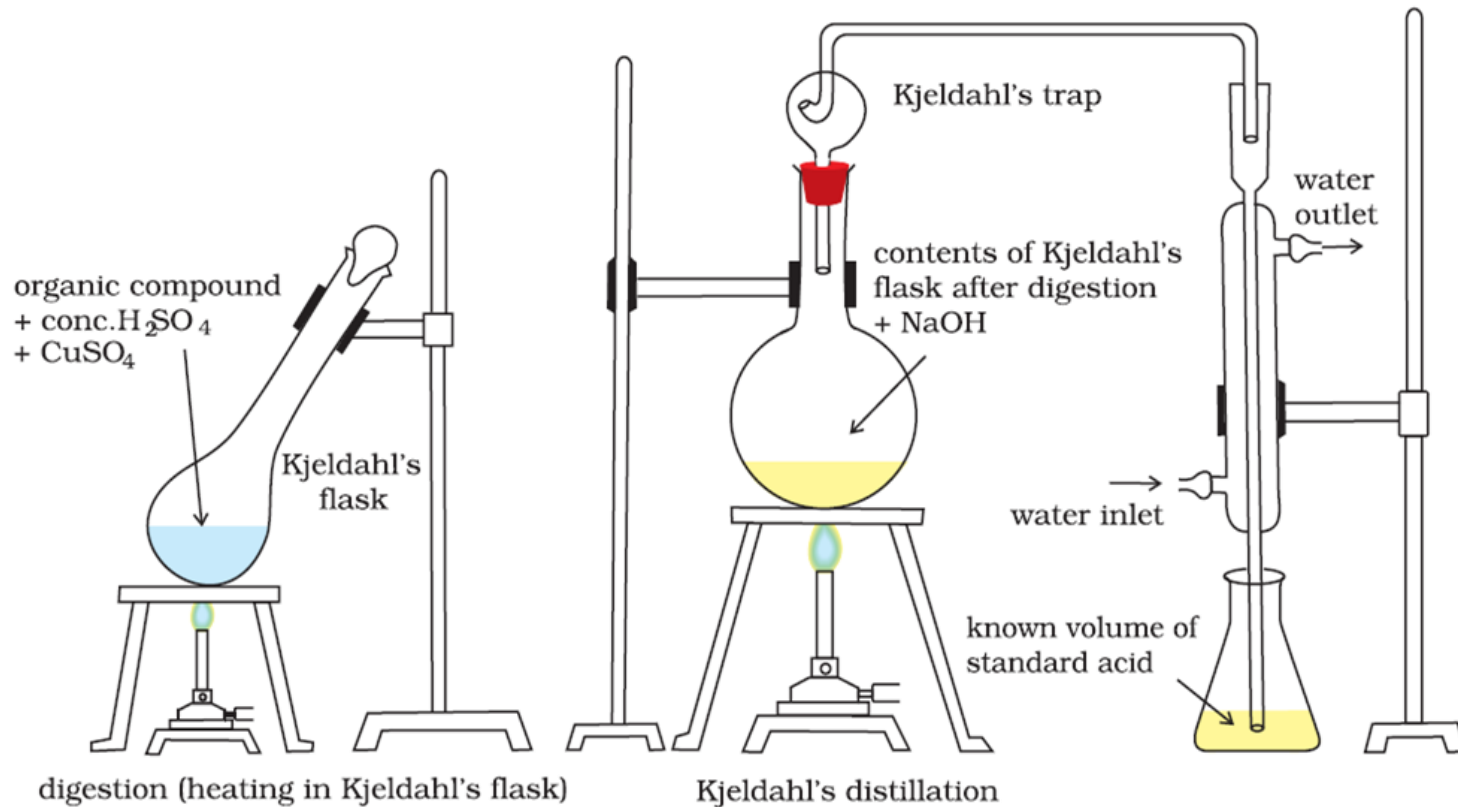


szulfanilamid

N-(1-naftil)-  
etiléndiamin

$\lambda = 540 \text{ nm}$

# Nitrogén tartalom meghatározása Kjeldahl roncsolással



**TKN = szerves N + ammónia N + ammónium N**

# Szennyvíz nitrogén tartalma (TN) mikrohullámú Kjeldahl roncsolással

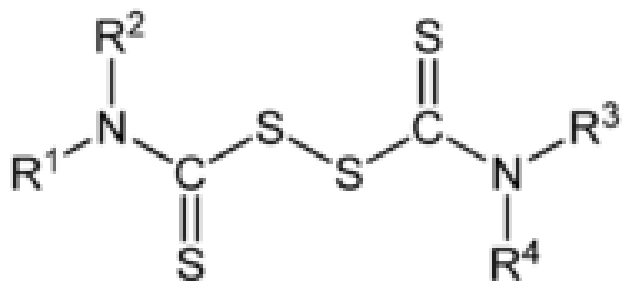


# Fémes elemek

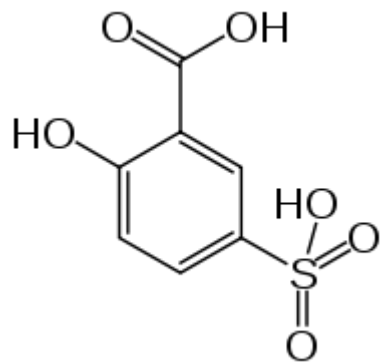
- **Főként atomspektroszkópiai módszerekkel**
- **Speciációs analízis**
  - Különböző oxidációs számú formák: pl. a Cr(III) és Cr(VI) eltérő toxicitású
  - Szervetlen sók: pl. a szervetlen arzén formák As(III) és As(V) a legtoxikusabbak, az alkilezett, vagy egyéb szerves formák kevésbé toxikusak
  - Szerves vegyületek: pl. a Hg alkilezett szerves formái sokkal toxikusabbak, mint a szervetlen Hg-sók.

# Fémes elemek meghatározása molekulaspektroszkópiai módszerekkel

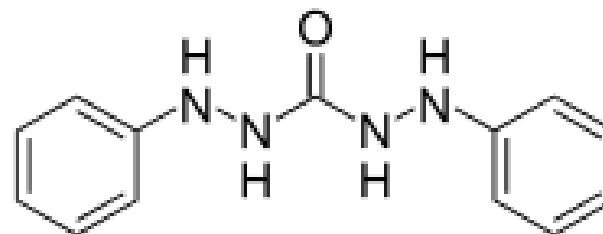
Ion	Reagens	Szín	Hullám- hossz (nm)	pH	Extrahálószersz	Kimutatási határ- koncentráció (mg·dm <sup>-3</sup> )
<b>Cd(II)</b>	ditizon	vörös	515	10-12	szén-tetraklorid	0,01
<b>Cr(VI)</b>	difenil-karbazid	vörös-ibolya	540	2 <	-	0,05
<b>Cu(II)</b>	dikupral	sárgás-barna	430	4-6	-	0,02
<b>Fe(II)</b>	o-fenantrolin	narancs- vörös	540	3,5-5,5	-	0,02
<b>Fe(III)</b>	szulfo- szalicilsav	bordó	500	1-4	-	0,04
<b>Hg(II)</b>	ditizon	narancs	500	4-5	kloroform	0,05
<b>Ni(II)</b>	dimetil-glioxim	vörös	540	8-9	-	0,2
<b>Pb(II)</b>	ditizon	rózsaszín	520	11,5	kloroform	0,005
<b>Zn(II)</b>	ditizon	vörös	530	4-7	szén-tetraklorid	0,01



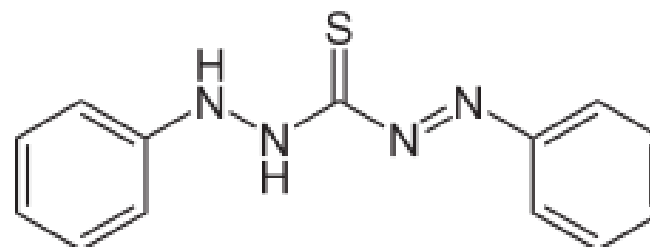
tetraetil-tiurám-diszulfid:  
dikupral



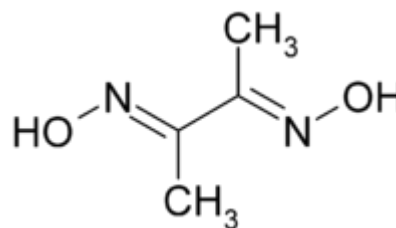
szulfoszalicilsav



difenil-karbamid



ditizon

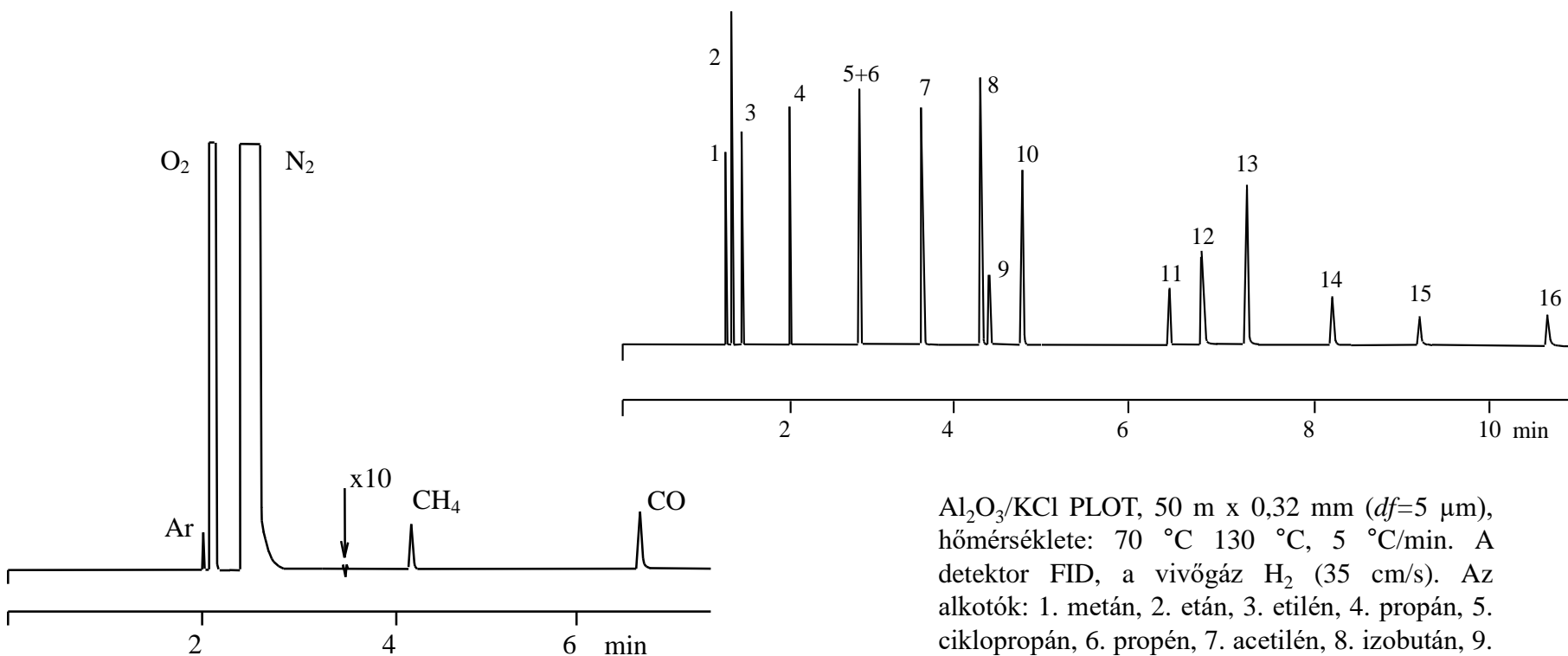


dimetil-glioxim

# Vízben oldott gázok meghatározása

## Gázkromatográfia

- $N_2$ ,  $CO_2$ ,  $CH_4$ , propán, butánok, stb.



$Al_2O_3/KCl$  PLOT, 50 m x 0,32 mm ( $df=5 \mu m$ ),  
hőmérséklete: 70 °C 130 °C, 5 °C/min. A  
detektor FID, a vivőgáz  $H_2$  (35 cm/s). Az  
alkotók: 1. metán, 2. etán, 3. etilén, 4. propán, 5.  
ciklopropán, 6. propén, 7. acetilén, 8. izobután, 9.  
propadién, 10. bután, 11. transz-2-butén, 12. 1-  
butén, 13. izobutén, 14. cisz-2-butén, 15. 1,3-  
butadién, 16. metil-acetilén.

Az ábrán a kolonna: PLOT molekulaszita 5Å, 25m x 0,53mm ( $df=50$  m), a vivőgáz hidrogén (30 cm/s), a detektor  $\mu$ -TCD, a detektor és a kolonna hőmérséklete 45 °C. Az injektált minta 25  $\mu$ l.

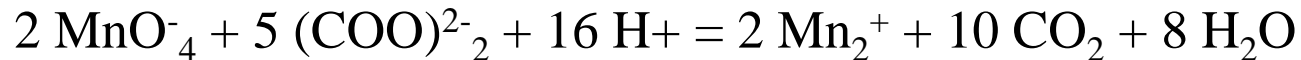
# Kémiai oxigén igény - KOI

Kémiai oxigénigény meghatározásakor meghatározzuk azt az oxigénmennyiséget, amely a szerves anyagok kémiai úton történő lebontásához szükséges.

1 dm<sup>3</sup> térfogatú vízminta által redukált oxidálószerrel egyenértékű oxigén tömege (mg/dm<sup>3</sup>)

## PERMANGANÁTOS oxigénigény

1. A vízben levő szerves anyagokat kálium-permanganáttal elroncsoljuk, és a maradék permanganátot kétszeresen visszatitráljuk oxálsavval. Indikátor a permanganát saját színe.



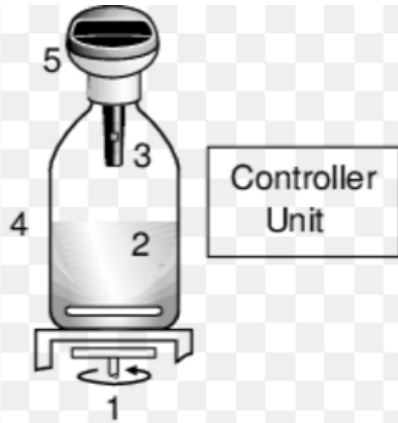
## KROMÁTOS oxigénigény

2. Erősen savas közegben a vízben levő szerves anyagokat ezüst-szulfát katalizátor jelenlétében kálium-bikromáttal roncsoljuk, majd vas(II)-ammónium szulfát mérőoldattal visszatitráljuk a maradék kálium-dikromátot. Indikátor a ferroin.



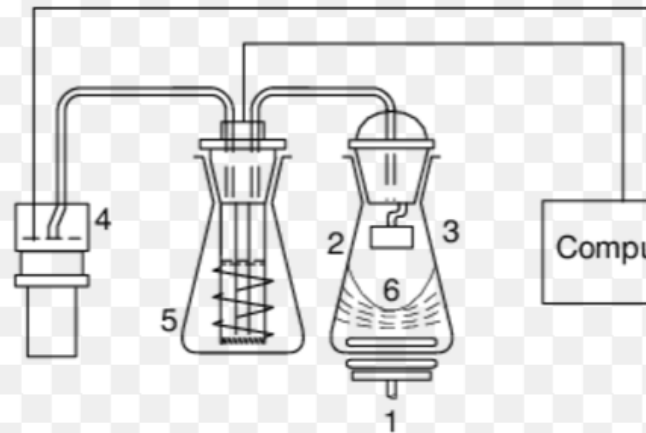


# Biológiai oxigénigény - BOI<sub>5</sub>



- 1: magnetic stirrer  
2: culture medium  
3: CO<sub>2</sub> trap  
4: incubation flask  
5: pressure sensor

(A)



- 1: magnetic stirrer  
2: incubation flask  
3: CO<sub>2</sub> trap  
4: pressure indicator  
5: electrolysis cell  
6: culture medium

(B)

A BOI<sub>5</sub> azt az oxigénmennyiséget jelenti mg-ban, amelyet mikroorganizmusok 1 l vízben levő szerves anyag aerob biokémiai lebontásához felhasználnak 5 nap alatt 20 Celsius-fokon.

**kommunális szennyvíz esetén: 100-200 mg/l,**

**ipari szennyvíz esetén: 400- több ezer mg/l,**

**tisztított víz esetén: 5-15 mg/l**



# Teljes szerves széntartalom - TOC

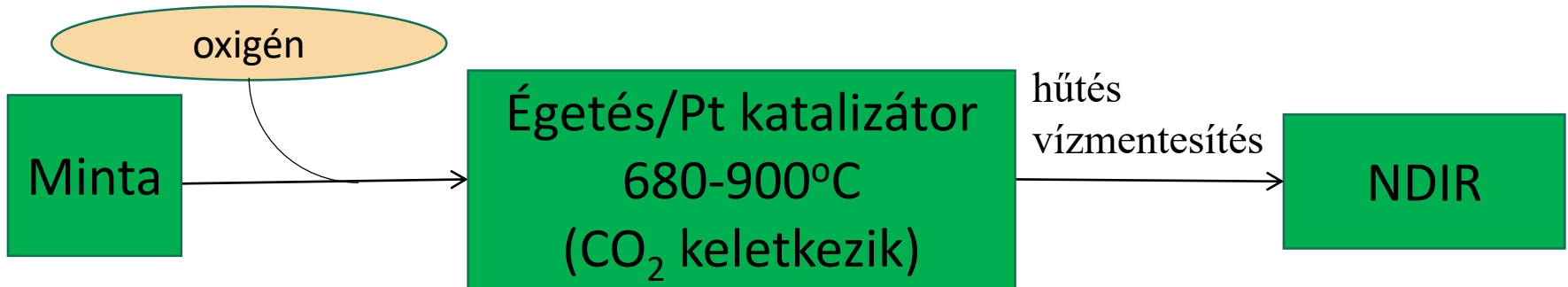
A TOC meghatározása két lépésben történik. Először a teljes szén határozzuk meg (TC) úgy, hogy a mintát oxigénárammal áramoltatjuk egy nagy hőmérsékletű (680-900°C) katalizátorral töltött csőben. Itt az szén széndioxiddá alakul, amelyet infravörös detektor mér. A második lépés a minta szerves széntartalmának (IC) a meghatározása. A két eredmény együttesen adja az összes széntartalmat.

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{IC}$$

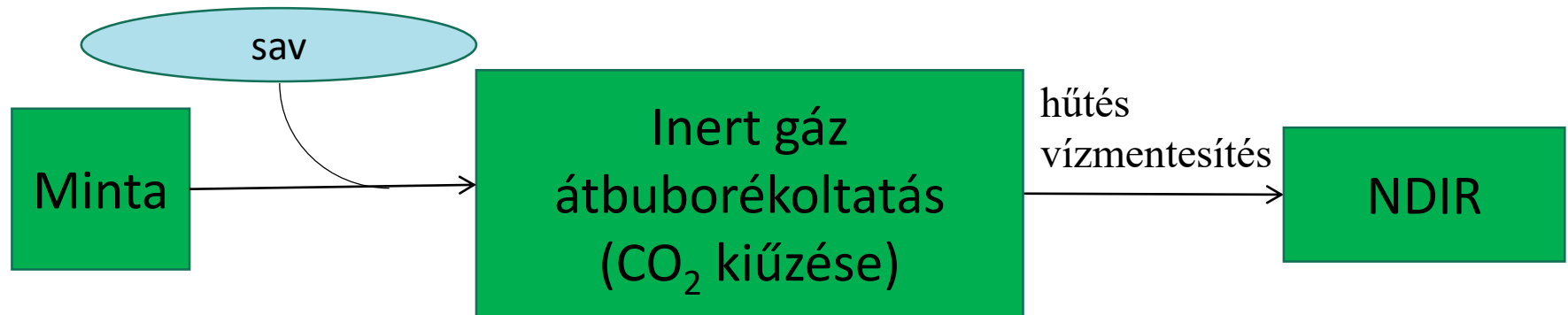


# TOC készülék elvi vázlatja

## 1. TC mérés



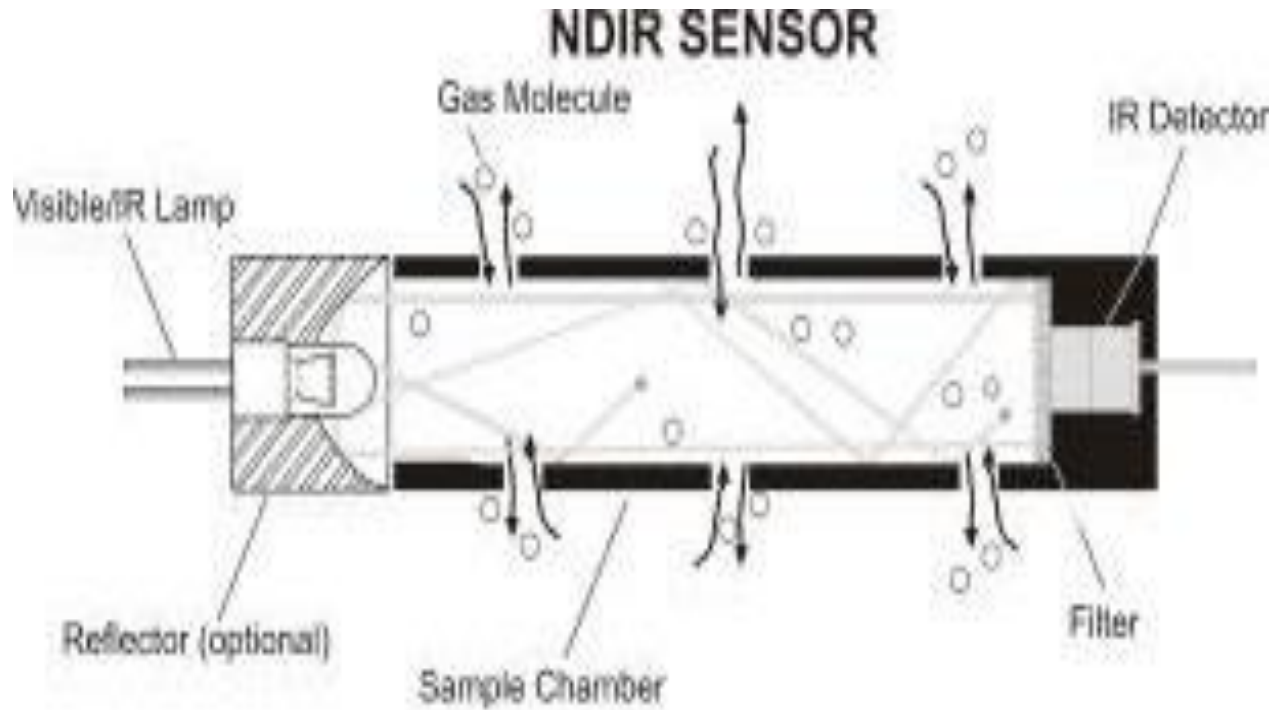
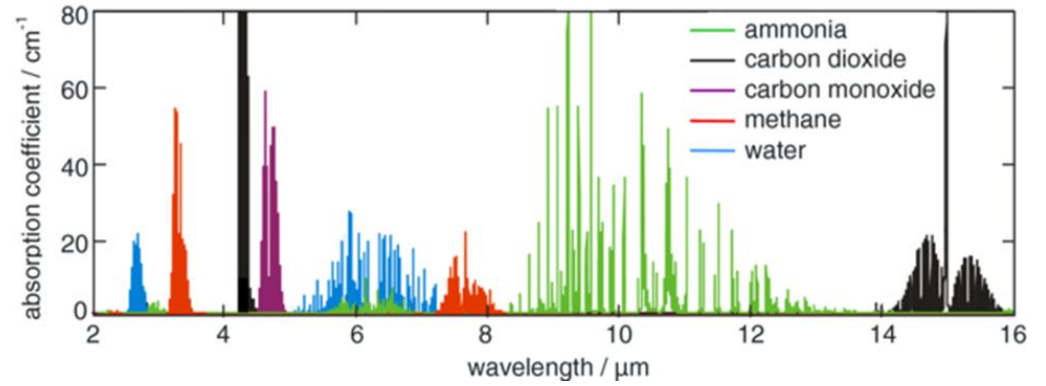
## 2. IC mérés



### Előnyei:

- ✓ gyors
- ✓ Jól reprodukálható
- ✓ Könnyen automatizálható (laboratórium, vagy on-line monitorálás)

$\text{CO}_2 : 2349 \text{ cm}^{-1}$



# Vizsgálati módszerek

## Szervetlen alkotók:

- titrimetria: **savasság, lúgosság, keménység**
- potenciometria: **pH**
- konduktometria: **vezetőképesség**
- ionkromatográfia: **anionok (fluorid, klorid, nitrit, nitrát, foszfát, stb.)**
- spektrofotometria: **ammónia, aktív klór**
- GC: **vízben oldott gázok: O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>**
- atomspektroszkópia: **fémek**

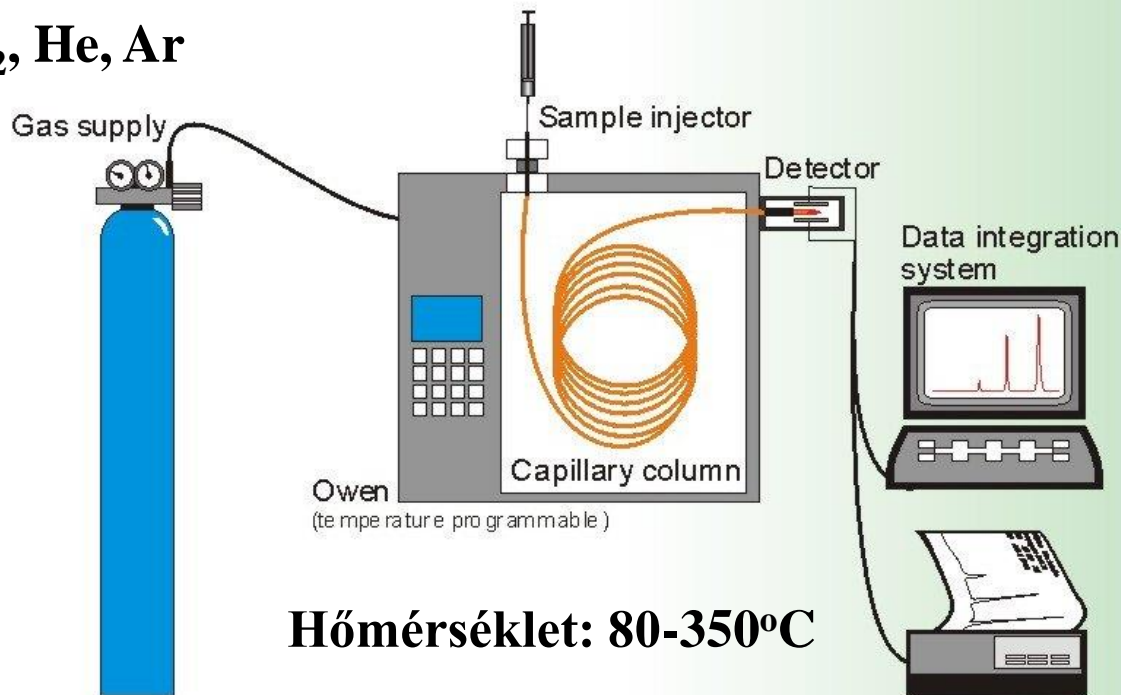
## Szerves alkotók

- GC: **vízben oldott gázok: metán, szénhidrogének**
- titrimetria: **KOI<sub>Cr</sub>, KOI<sub>perm</sub>, BOI<sub>5</sub>**
- spektrofotometria: **fenol, TOC (TC=IC+TOC)**
- GC, GC-MS: **EPH, TPH, PAH, PCB, BTEX, dioxinok**
- HS-GC, HS-GC-MS: **VPH, trihalometán**
- HPLC: **PAH**

# A GC általános felépítése

## SCHEME OF A GC SYSTEM

Vivőgáz:  $H_2$ ,  $N_2$ , He, Ar



Hőmérséklet: 80-350°C

**Kolonna: néhány tized mm átmérőjű, 10-80 m hosszú kvarc cső**

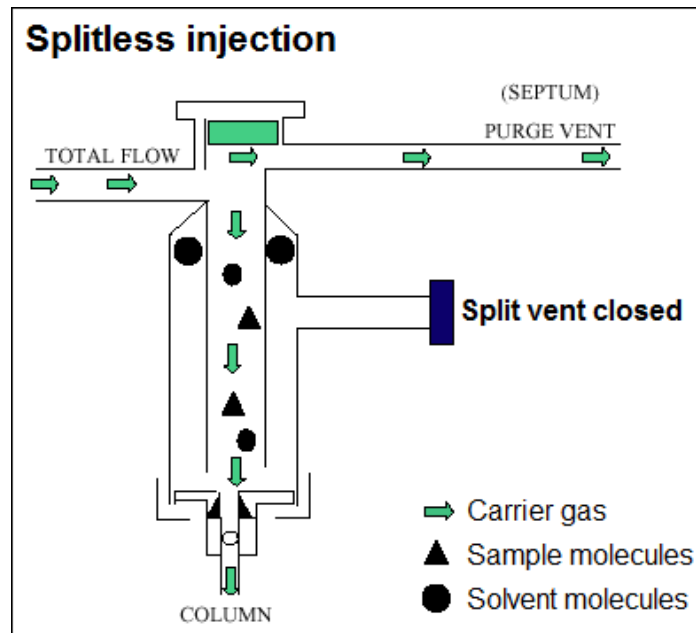
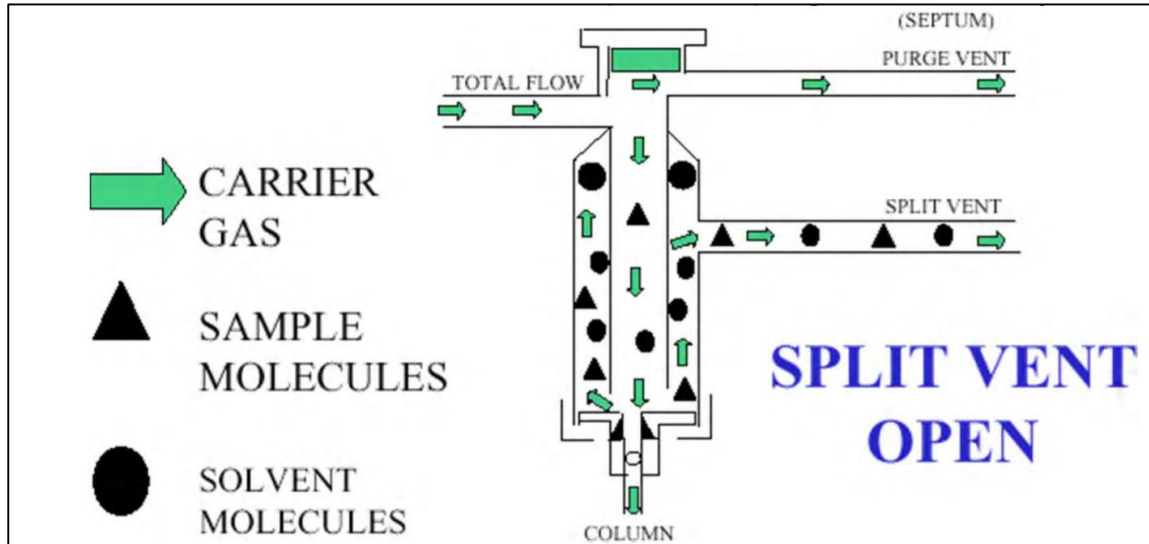
**Állófázis:**

**poláris, poláris anyagok elválasztására**

**apoláris, apoláris anyagok elválasztására**

# Mintabevitel

## Split/splitless injektálás



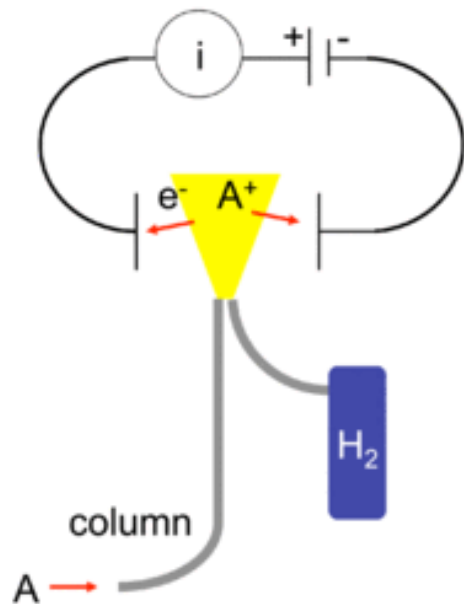
# Mintabevitel - Split/splitless injektálás

<http://www.youtube.com/MrSimpleScience>

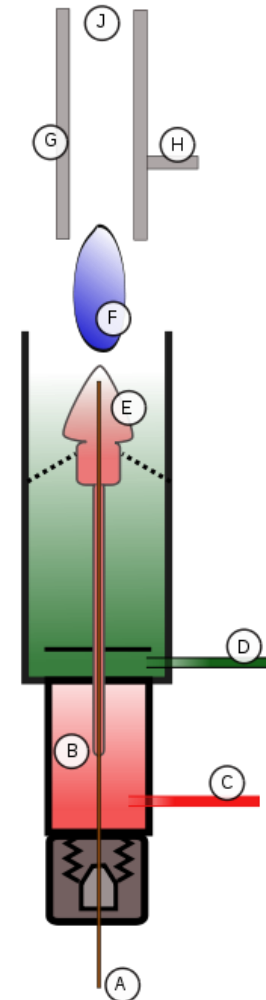
<https://www.youtube.com/watch?v=dWsEsDikpHA>



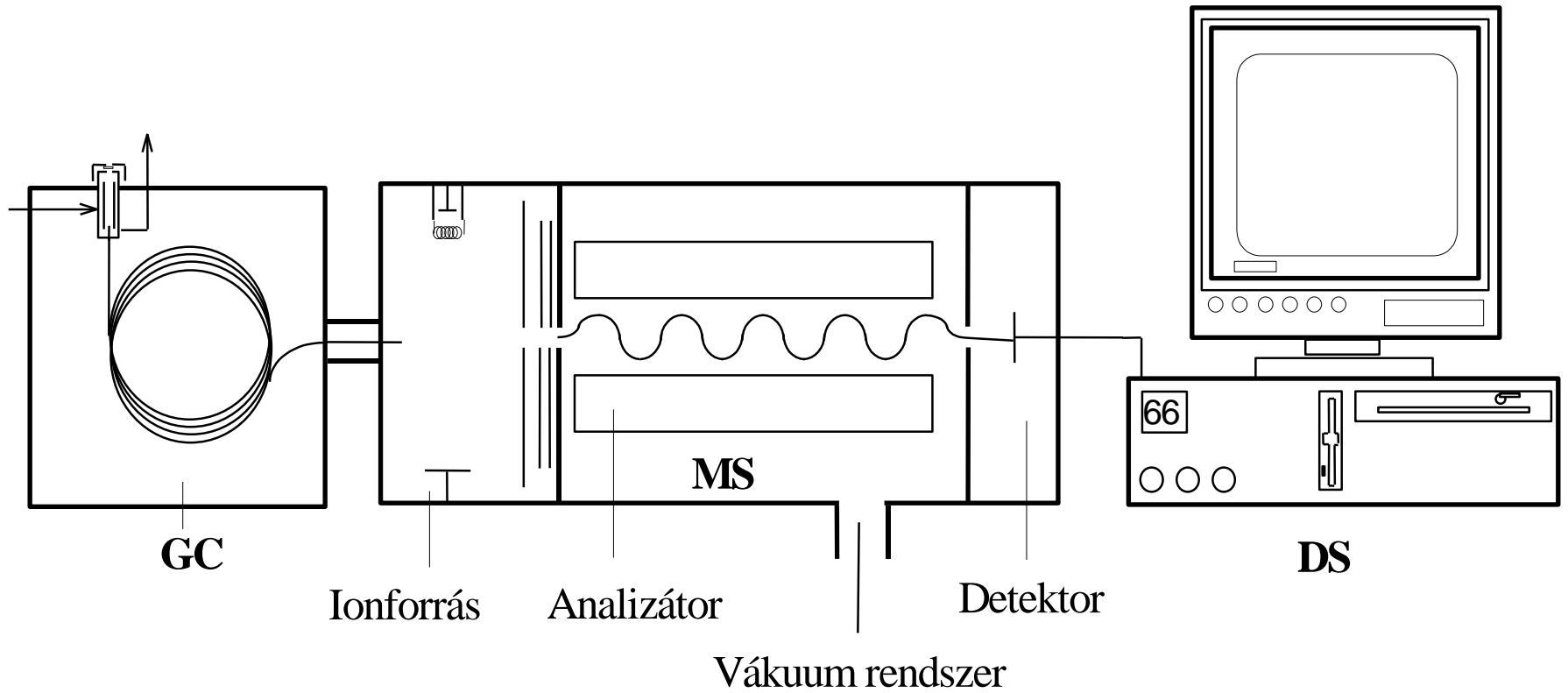
# Lángionizációs detektor - FID



A) GC kapilláris; B) Mikroégő; C) Hidrogén; D) Levegő; E) Láng; F) Ionok; G) Kollektor elektród (+); H) Katód (-); J) Gáz kimenet



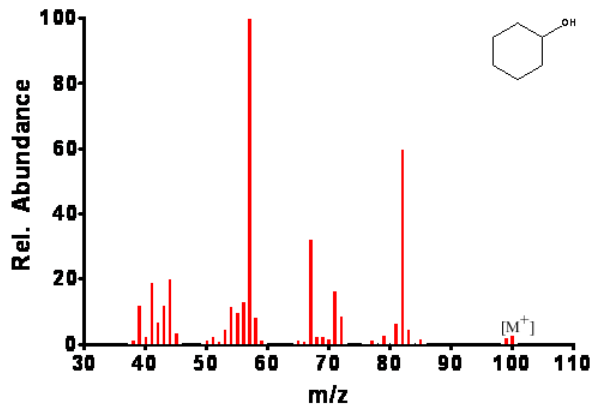
# GC-MS-DS



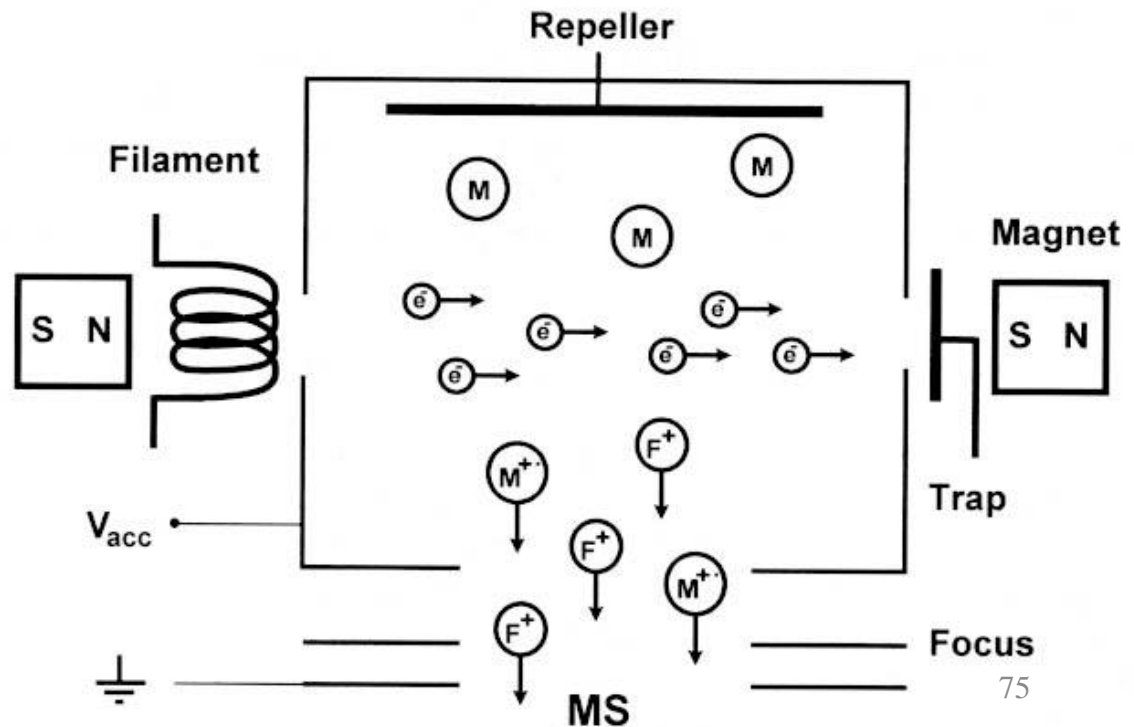
# Elektronütközéses ionizáció (EI)

▶ 70 eV energiájú termikus elektronokkal hoz létre ütközési ionizációt gáz fázisban vákuumban

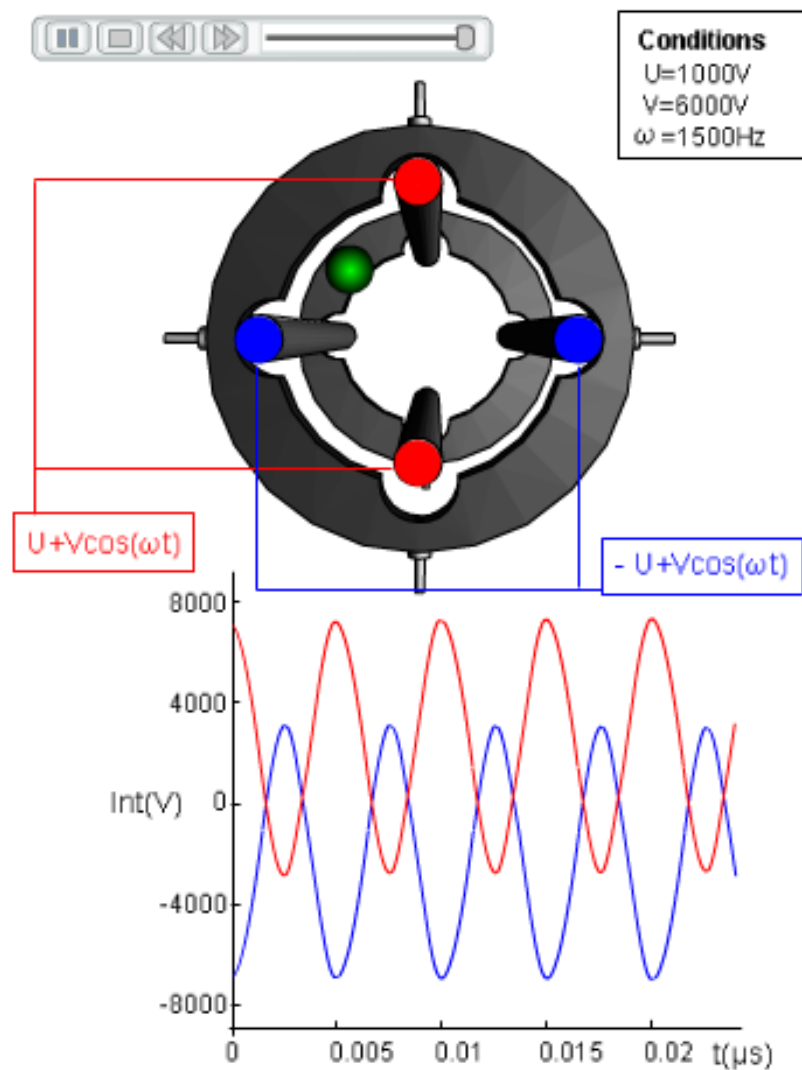
▶ a fragmentáció gyakori és jellegzetes (az adatbankokban összegyűjtött tömegspektrumok 95 %-a ilyen ionforrással készült)- *kemény ionizáció*



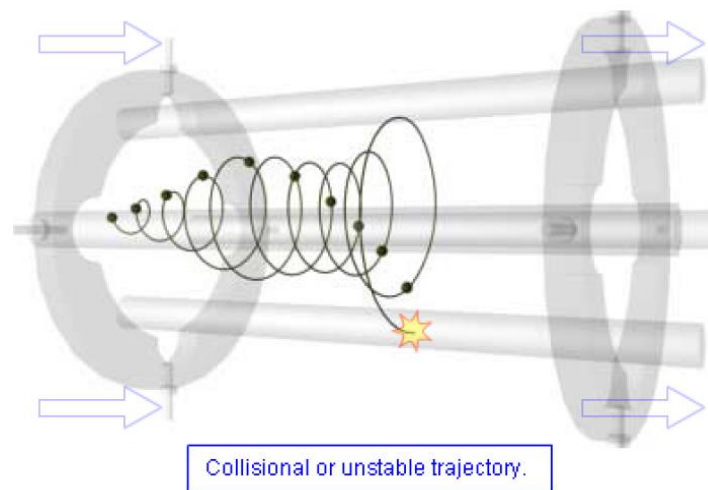
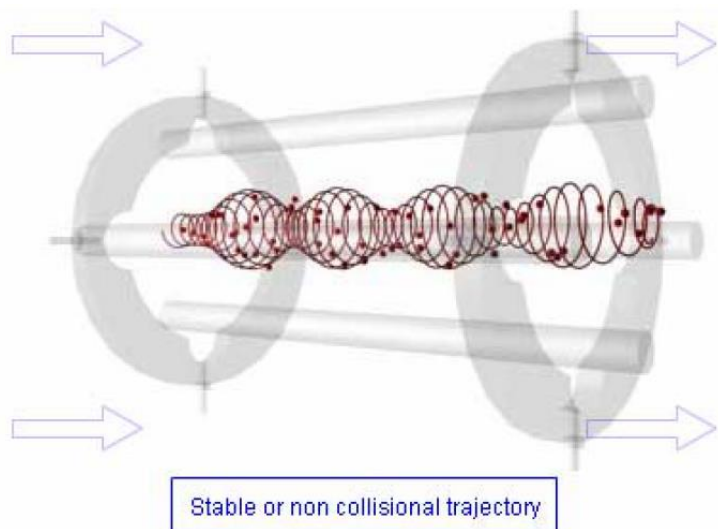
© 2008 Dunnivant & Ginsbach



# Kvadrupól analízátor



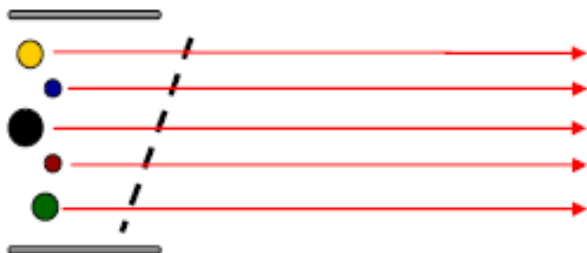
# Kvadrupól analízátor



- ▶ Egyszerű, gyors, olcsó
- ▶ Kromatográfiával jól kapcsolható
- ▶ Felbontóképesség: egységnyi
- ▶ Szűk tömegtartomány: néhány ezer  $m/z$

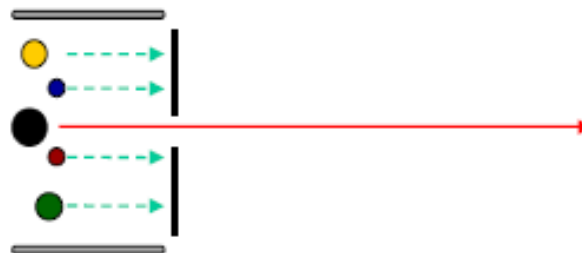
# MS analizátorok működési módjai

## Q1 full scan



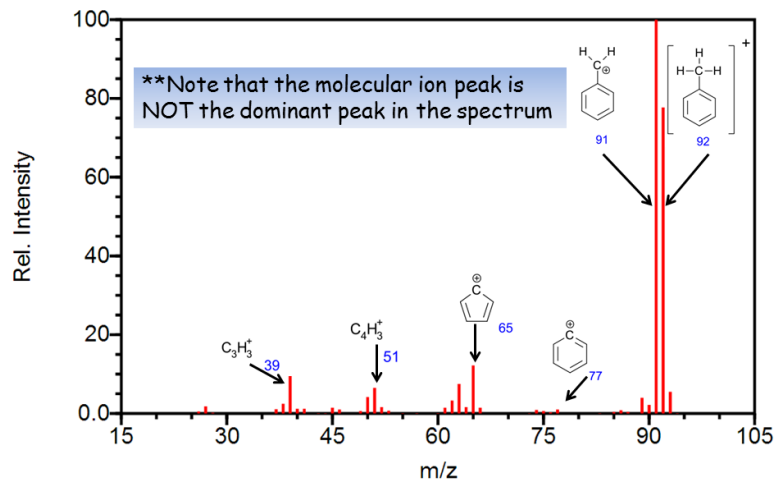
Minden iont figyel

## Selected Ion Monitoring (SIM)



Csak a kiválasztott ionokat figyel

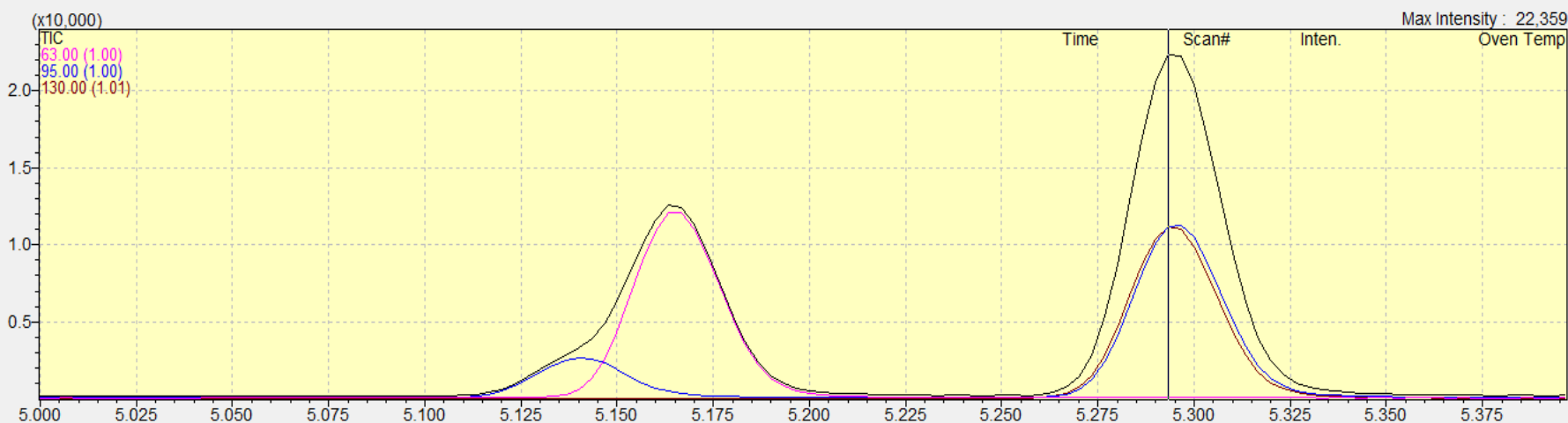
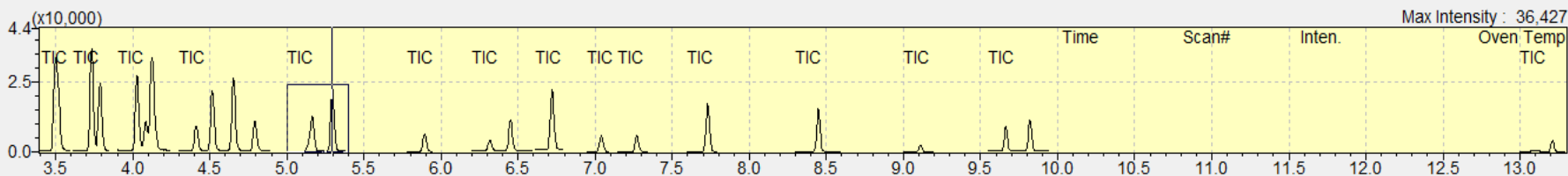
## Toluene (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>) Fragmentation



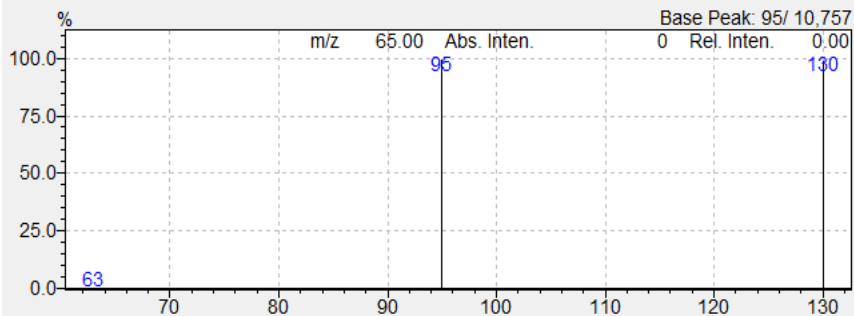
NIST Chemistry WebBook (<http://webbook.nist.gov/chemistry>)

- ▶ hosszabb tartózkodás az egyes kiválasztott tömegeken
- ▶ jobb jel/zaj viszony

# Halokarbonok: HS-GC-MS



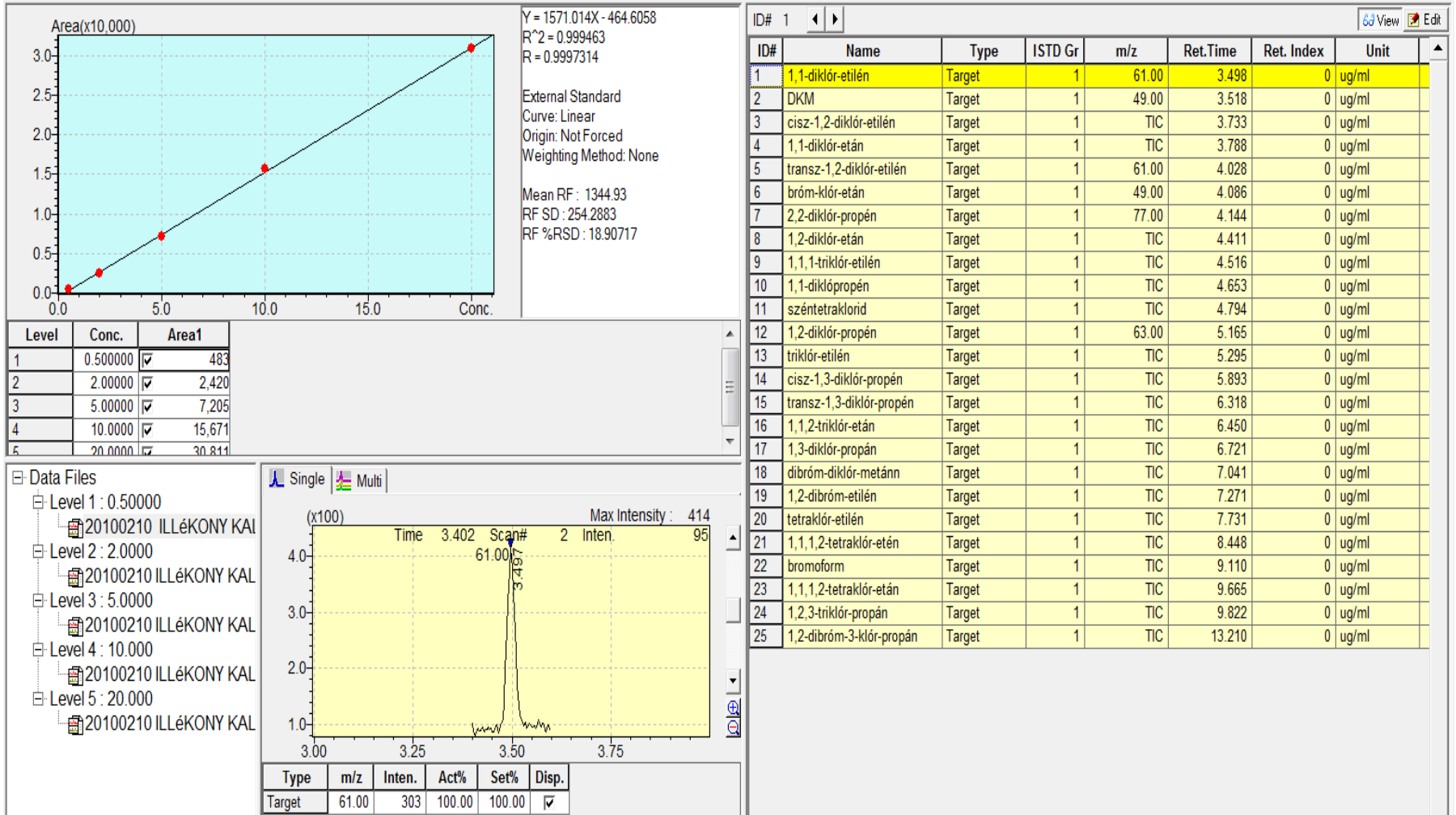
vent#1:SIM Ret.Time : [5.290 -> 5.297] - [5.257 <-> 5.383] Scan# : [505 -> 507] - [495 <-> 533]



ID#	Name	Type	ISTD Gr	m/z	Ret.Time	Ret. Index	
5	transz-1,2-diklór-etilén	Target	1	61.00	4.028	0	ug/m
6	bróm-klór-etán	Target	1	49.00	4.086	0	ug/m
7	2,2-diklór-propén	Target	1	77.00	4.144	0	ug/m
8	1,2-diklór-etán	Target	1	TIC	4.411	0	ug/m
9	1,1,1-triklór-etilén	Target	1	TIC	4.516	0	ug/m
10	1,1-diklórpropén	Target	1	TIC	4.653	0	ug/m
11	széntetraklorid	Target	1	TIC	4.794	0	ug/m
12	1,2-diklór-propén	Target	1	63.00	5.165	0	ug/m
13	triklór-etilén	Target	1	TIC	5.295	0	ug/m

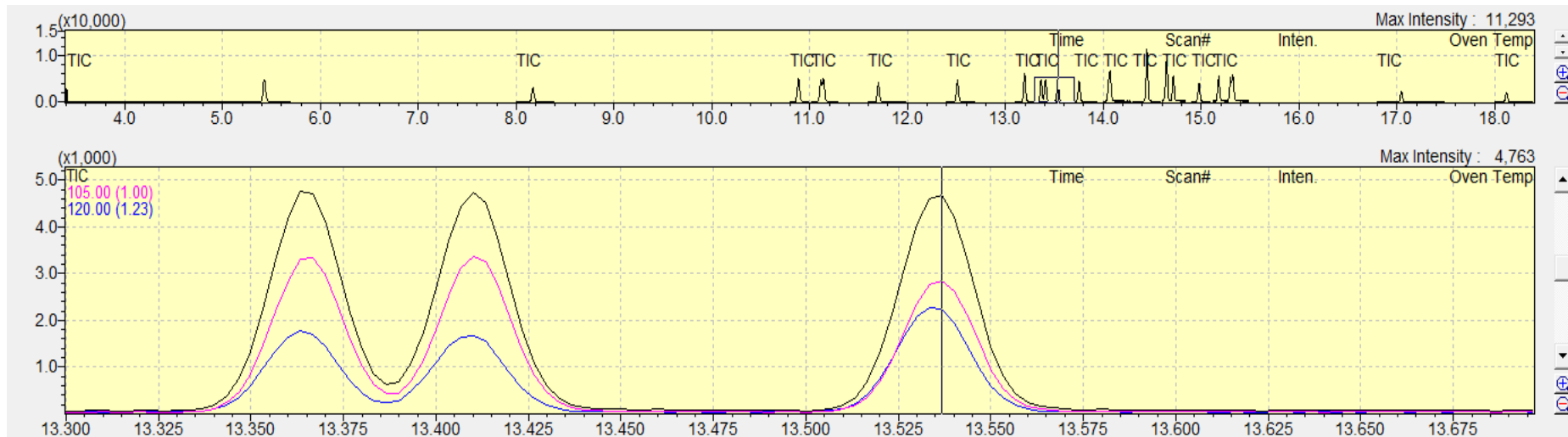
Param's Results GroupParam's GroupRes

# Halokarbonok

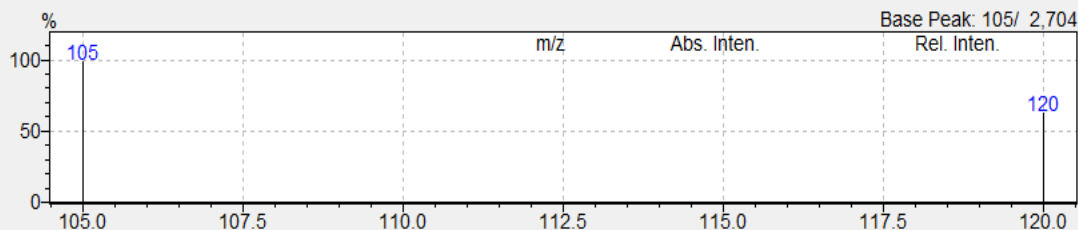




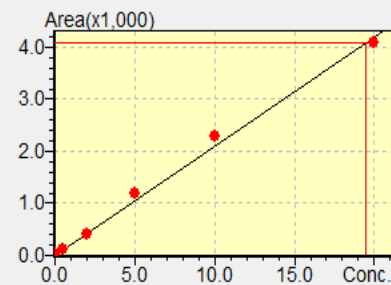
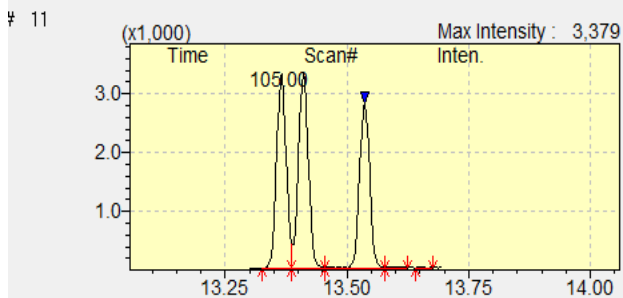
# BTEX: HS-GC-MS



Event#1:SIM RetTime: [13.533 -> 13.540] - [13.453 <-> 13.577] Scan#: [1295 -> 1297] - [1271 <-> 1308]



ID#	Name	Type	ISTD Gr	m/z	Ret.Time	Ret. Ind
2	toluol	Target	1	91.00	8.195	
3	etil-benzol	Target	1	91.00	10.911	
4	m-xilol	Target	1	91.00	11.114	
5	p-xilol	Target	1	91.00	11.143	
6	o-xilol	Target	1	91.00	11.728	
7	i-propil-benzol	Target	1	105.00	12.534	
8	n-propil-benzol	Target	1	91.00	13.222	
9	1,3,5-trimetil-b	Target	1	105.00	13.386	
10	3-etil-toluol	Target	1	105.00	13.430	
11	4-etil-toluol	Target	1	105.00	13.557	
12	2-etil-toluol	Target	1	105.00	13.773	
13	terc-butil-benz	Target	1	119.00	14.077	
14	1,2,3-trimetil-b	Target	1	105.00	14.091	
15	sec-butil-benz	Target	1	105.00	14.465	
16	1,3-dietil-benz	Target	1	105.00	14.659	
17	m-i-propil-ben	Target	1	119.00	14.667	
18	p-cimén	Target	1	119.00	14.736	



Param's Results GroupParam's

# BTEX

## Data Acquisition Parameters

GC MS Description

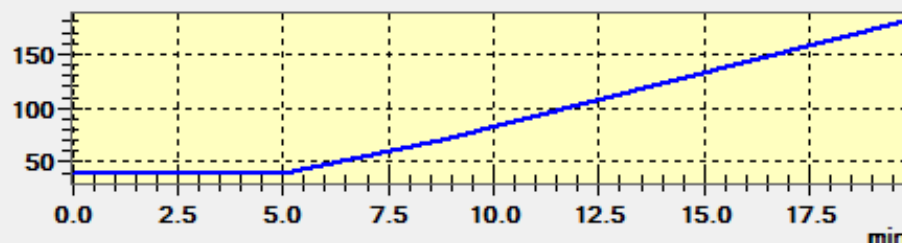
Inj. Port: SPL1 Inj. Heat Port: INJ1

Column Oven Temp.: 40.0 °C

Injection Temp.: 200.0 °C

Injection Mode: Split

Sampling Time: 0.80 min



Carrier Gas: He Prim. Press.: 500-900

Flow Control Mode: Linear Velocity

Pressure: 199.8 kPa

Total Flow: 54.8 mL/min

Column Flow: 1.99 mL/min

Linear Velocity: 36.0 cm/sec

Purge Flow: 3.0 mL/min

Split Ratio: 25.0

Program: Column Oven Temperature

	Rate	Final Temperature	Hold Time
0	-	40.0	5.00
1	8.00	70.0	0.00
2	10.00	180.0	0.00
3	0.00	0.0	0.00

Total Program Time: 19.75 min

Column

Name: Rtx-1 Thickness: 0.25 um

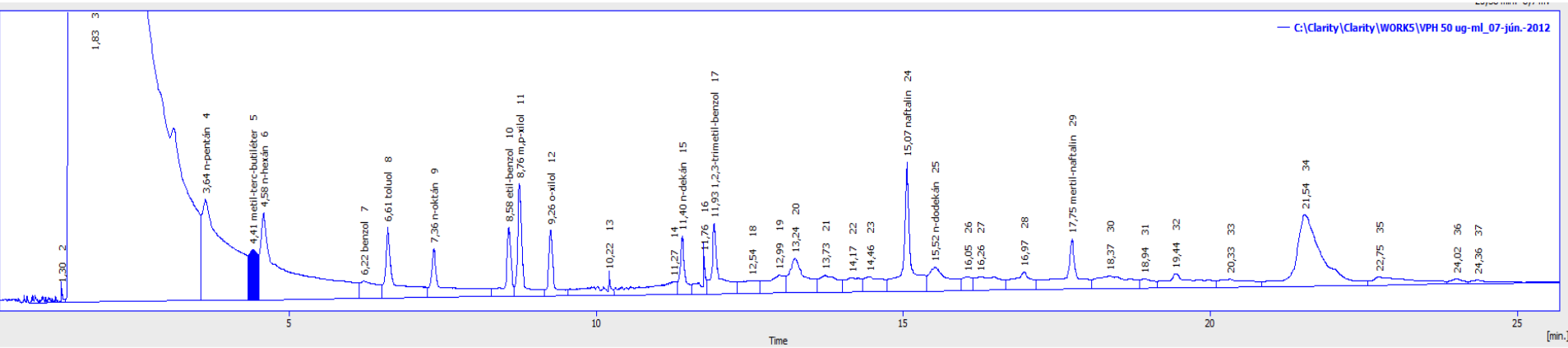
Length: 60.0 m Diameter: 0.25 mm

Set..

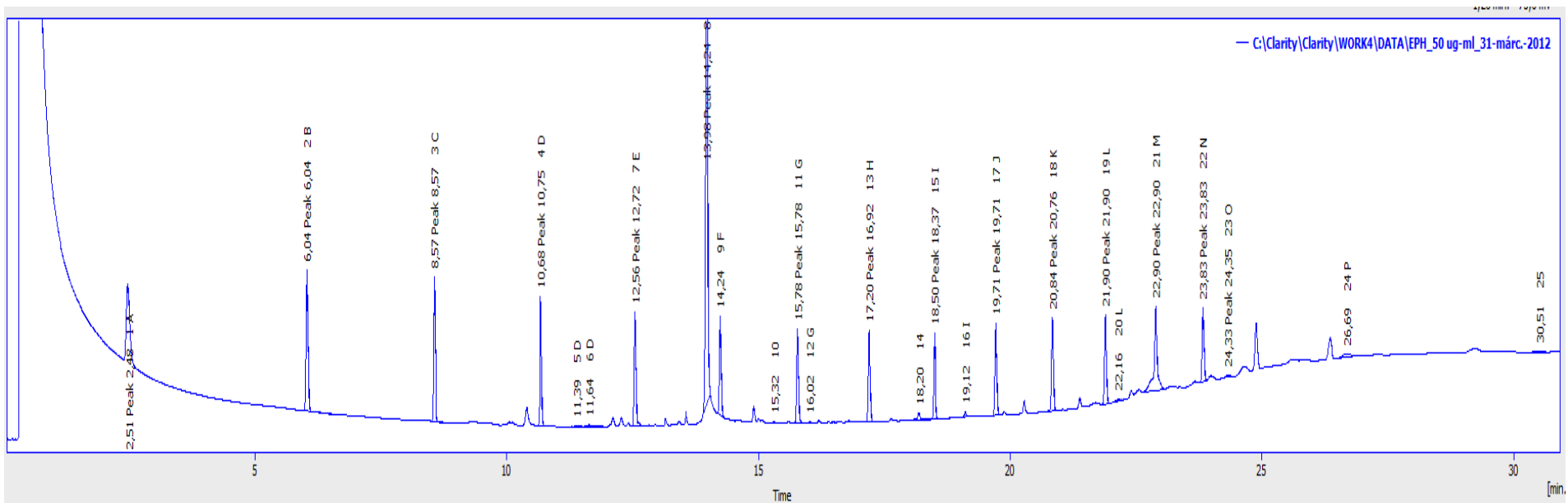
$$\mathbf{TPH = VPH + EPH}$$

- TPH: total petroleum hydrocarbon (C<sub>5</sub>-C<sub>40</sub>)
- VPH: volatile petroleum hydrocarbon (C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>)
- EPH: extractable petroleum hydrocarbon (C<sub>10</sub>-C<sub>40</sub>)

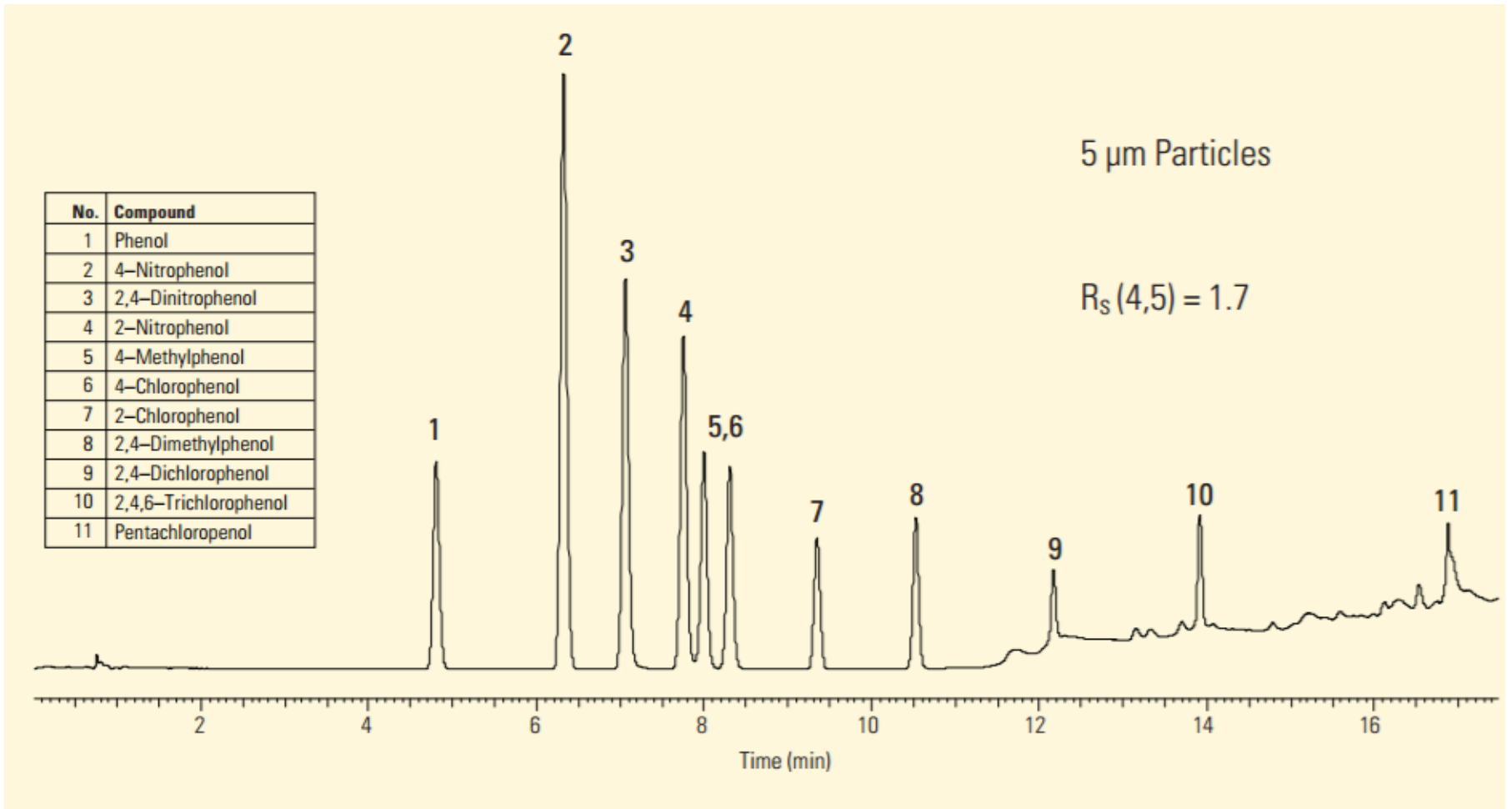
# VPH: HS-GC-FID



# EPH: GC-FID



# Fenol tartalom: HPLC

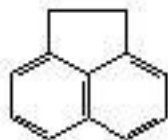


# HPLC készülék

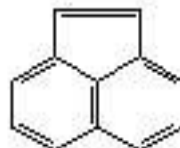


Név	Képlet	Móltömeg	Forráspont °C	Gőztenzió, kPa, 25°C- on
naftalin	$C_{10}H_8$	128	218	-
antracén	$C_{14}H_{10}$	178	340	-
fenantrén	$C_{14}H_{10}$	178	340	-
fluorantén	$C_{16}H_{10}$	202	375-393	$6,5 \cdot 10^{-7}$
pirén	$C_{16}H_{10}$	202	351	$3,1 \cdot 10^{-7}$
<b>benz(a)antracén</b>	$C_{18}H_{12}$	228	435	$1,5 \cdot 10^{-8}$
krizén	$C_{18}H_{12}$	228	435	$5,7 \cdot 10^{-8}$
benz(b)fluorantén	$C_{20}H_{12}$	252	481	$6,7 \cdot 10^{-8}$
benz(k)fluorantén	$C_{20}H_{12}$	252	481	$2,1 \cdot 10^{-8}$
benz(j)fluorantén	$C_{20}H_{12}$	252	481	$7,0 \cdot 10^{-10}$
<b>benz(a)pirén</b>	$C_{20}H_{12}$	252	493-496	$7,3 \cdot 10^{-10}$
benz(e)pirén	$C_{20}H_{12}$	252	493	$7,4 \cdot 10^{-10}$
indeno(1,2,3-cd)pirén	$C_{22}H_{12}$	276	525	$1,3 \cdot 10^{-11}$
dibenz(a,h)antracén	$C_{22}H_{12}$	276	-	
benz(g,h,i)perilén	$C_{22}H_{14}$	278	524	$1,3 \cdot 10^{-11}$

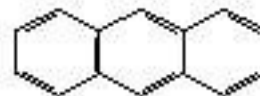




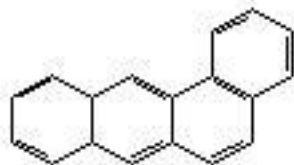
Acenaphthene



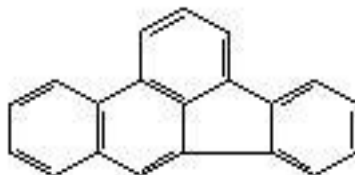
Acenaphthylene



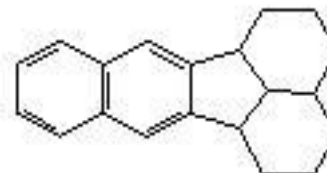
Anthracene



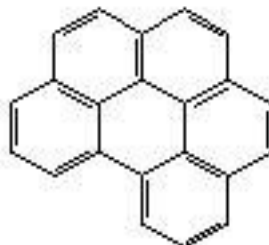
Benz[a]anthracene



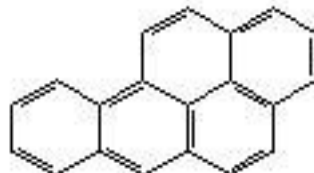
Benzo[b]fluoranthene



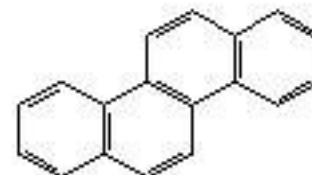
Benzo[k]fluoranthene



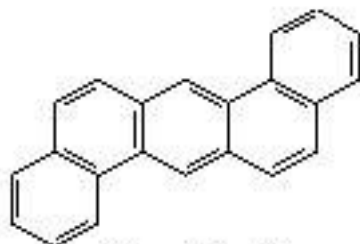
Benzo[g,h,j]perylene



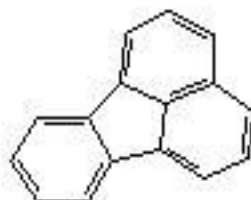
Benzo[a]pyrene



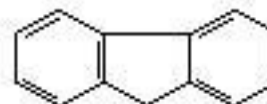
Chrysene



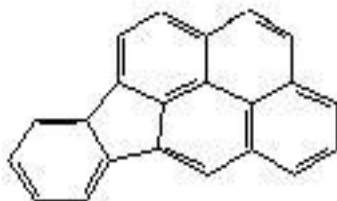
Dibenz[a]anthracene



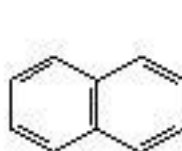
Fluoranthene



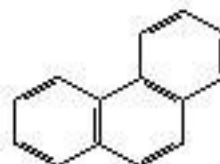
Fluorene



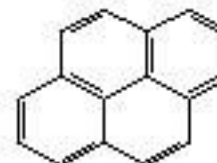
Indene[1,2,3 cd pyrene



Naphtalene

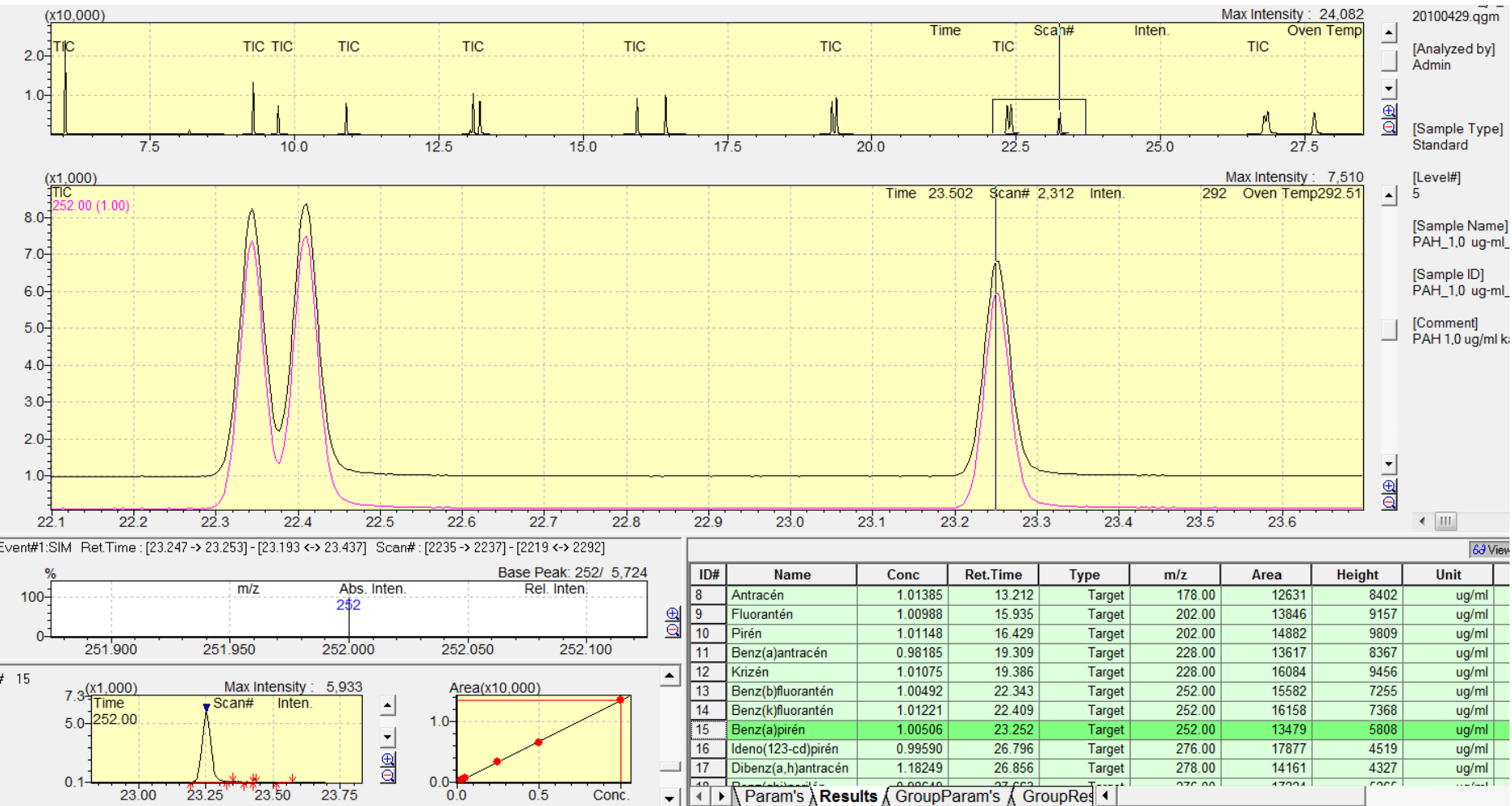


Phenantrene

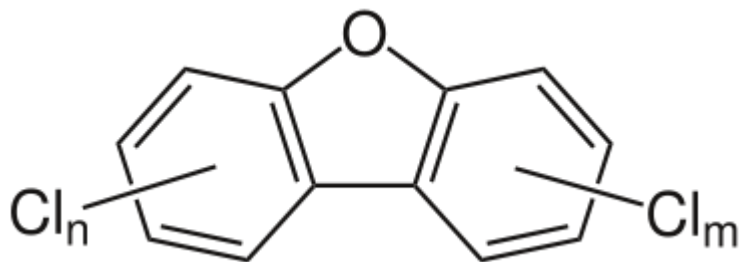
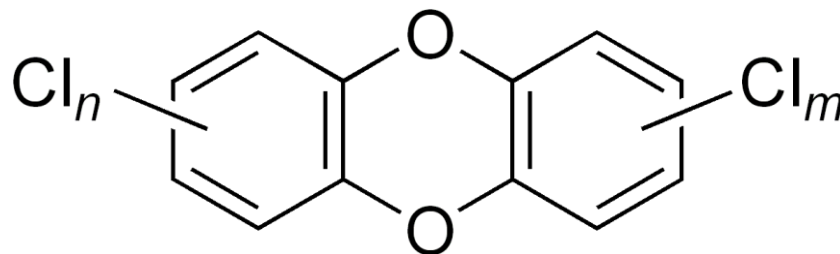
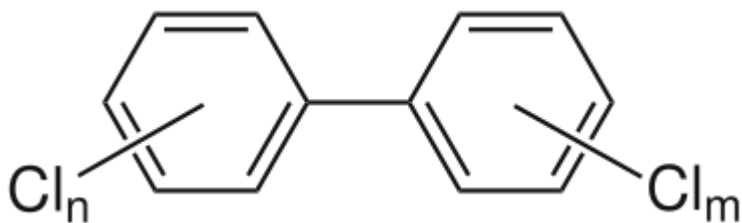


Pyrene

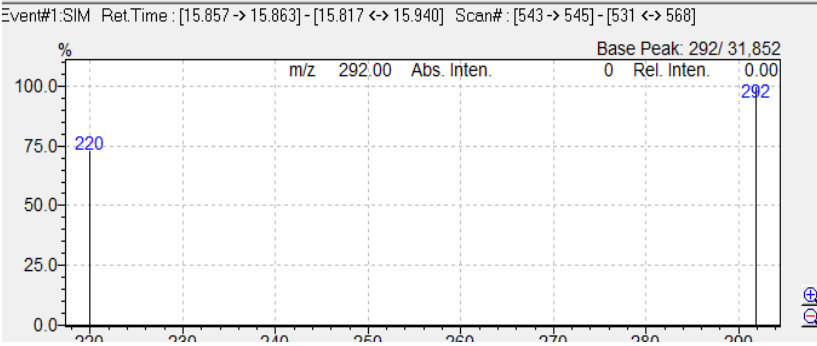
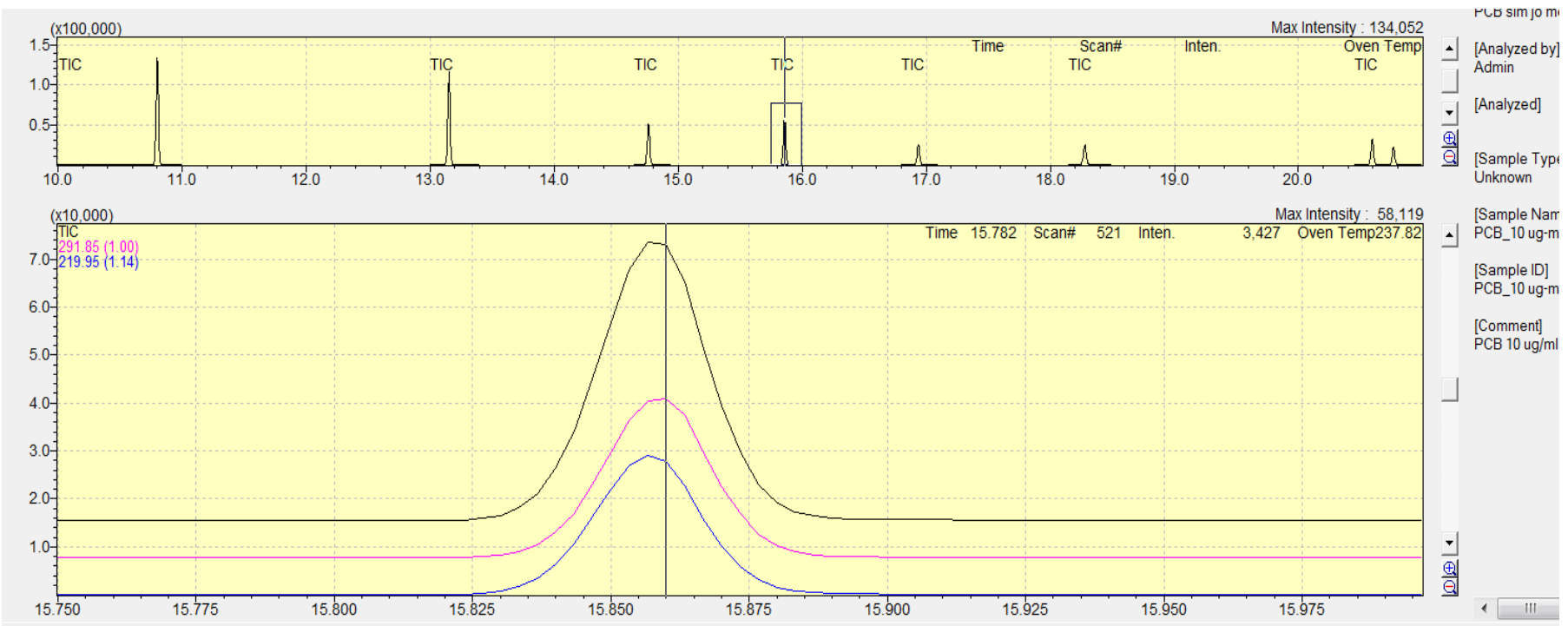
# PAH GC-MS analízis, lehetne HPLC-vel is!



# PCB-k (209), dioxinok (75), dibenzofuránok (135)

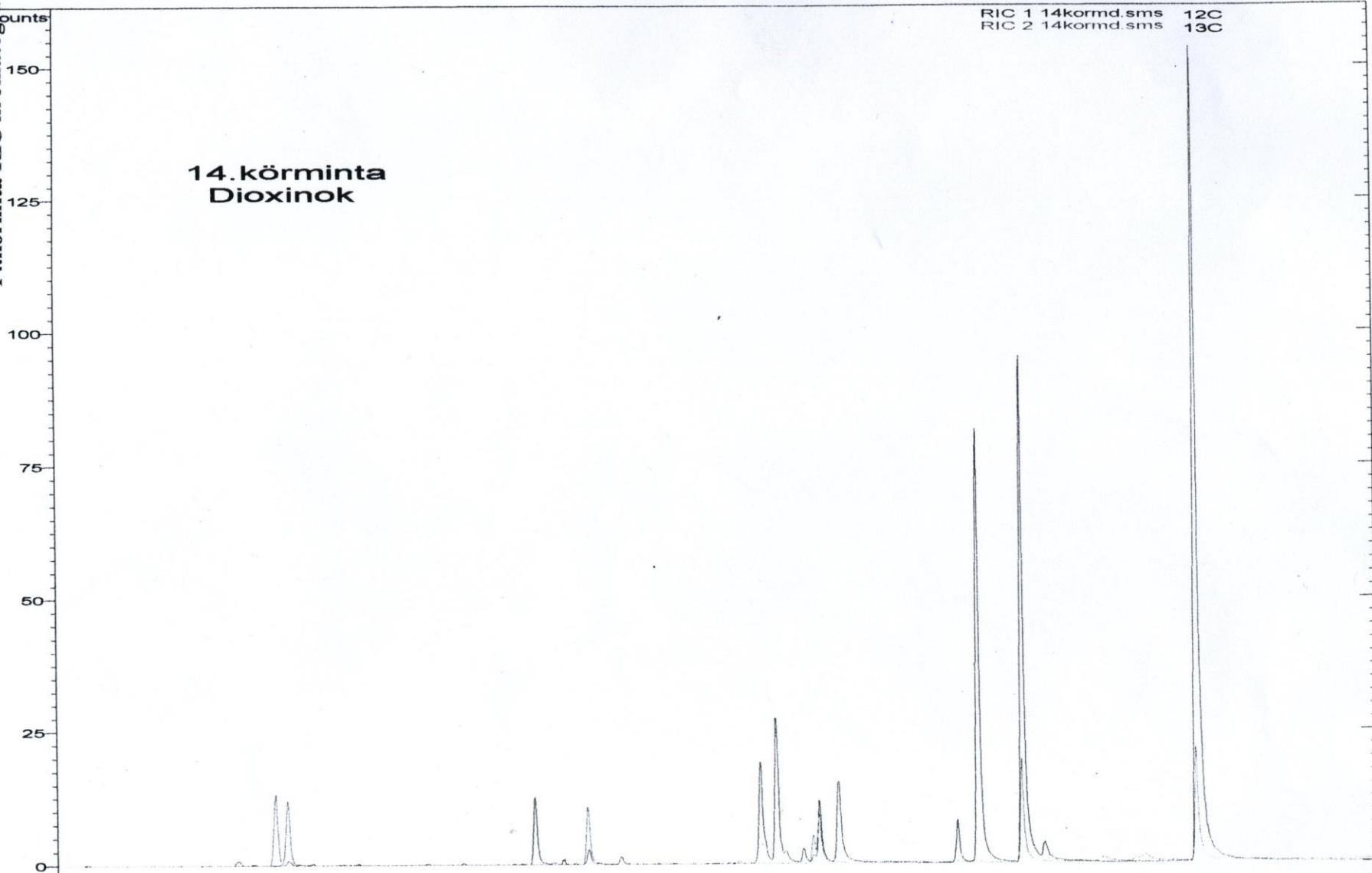


# PCB



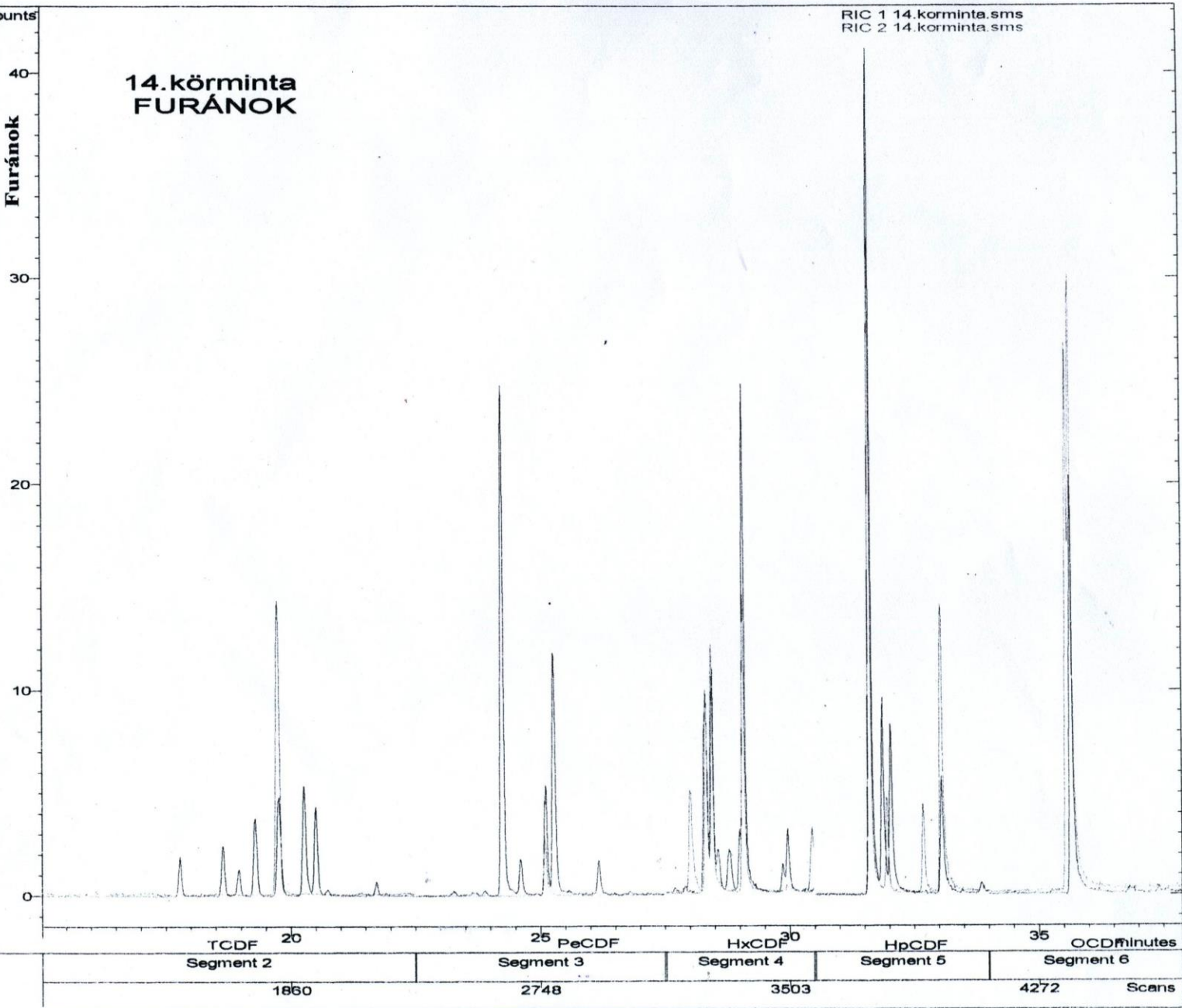
ID#	Name	Type	ISTD Gr	m/z	Ret.Time	Ret. Index	Unit
1	2-klór-bifenil	Target	1	188.00	10.800	0	ug/ml
2	2,3-diklór-bifenil	Target	1	221.90	13.152	0	ug/ml
3	2,4,5-triklór-bifenil	Target	1	255.90	14.760	0	ug/ml
4	2,2',4,4'-tetraklór-bifenil	Target	1	291.85	15.857	0	ug/ml
5	2,2',3',4,6-pentaklór-bifenil	Target	1	325.80	16.934	0	ug/ml
6	2,2',4,4',5,6'-hexaklór-bifenil	Target	1	289.90	18.278	0	ug/ml
7	2,2',3,3',4,4',6-heptaklór-bifenil	Target	1	323.80	20.598	0	ug/ml
8	2,2',3,3',4,5',6,6'-oktaklór-bifenil	Target	1	287.90	20.768	0	ug/ml

14.körminta  
Dioxinok

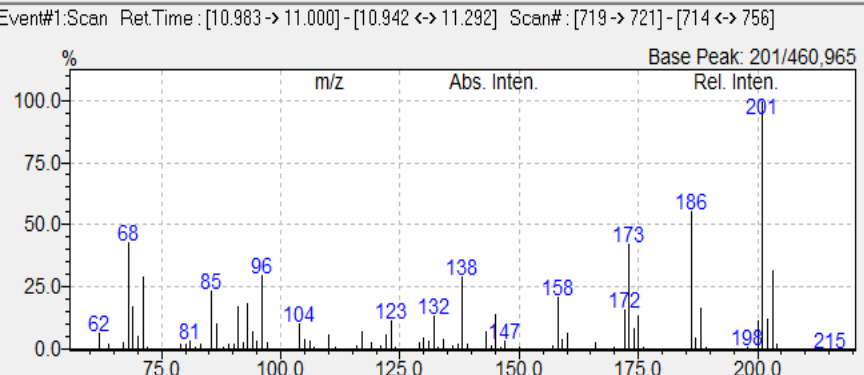
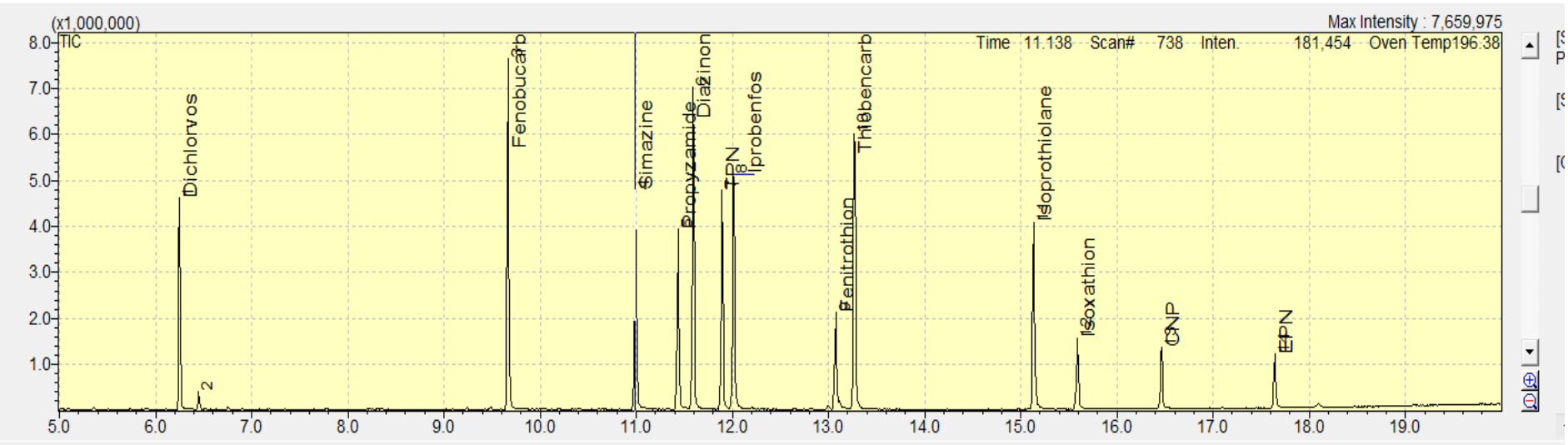


Segment	Retention Time (min)	Scan Range	Label
Segment 2	18.69	1869	TCDD
Segment 3	27.23	2723	PeCDD
Segment 4	35.78	3578	HxCDD
Segment 5	44.30	4430	HpTCDD
Segment 6	44.30	4430	OCDD

4/1-számú melléklet  
14.kör minta RIC kromatogramjára  
Furánok



# Peszticidek: talaj, hulladék



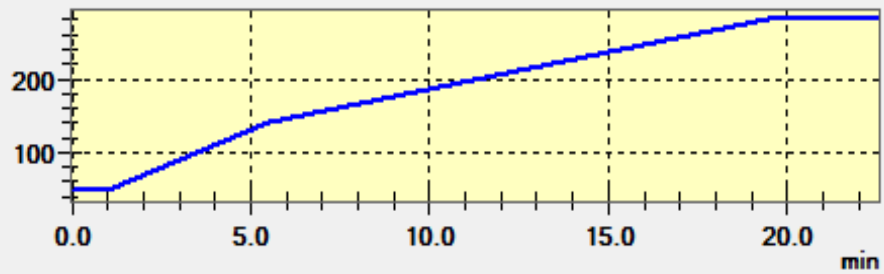
ID#	Name	Type	ISTD Gr	m/z	Ret.Time	Ret. Index	Unit	Ref.Ions
1	Dichlorvos	Target	0	185.00	6.250	0	ug/L	109.00
2	Fenobucarb	Target	0	150.00	9.667	0	ug/L	121.00
3	Simazine	Target	0	201.00	10.992	0	ug/L	186.00
4	Propyzamide	Target	0	173.00	11.433	0	ug/L	255.00
5	Diazinon	Target	0	304.00	11.592	0	ug/L	179.00
6	TPN	Target	0	266.00	11.892	0	ug/L	264.00
7	Iprobenfos	Target	0	204.00	12.017	0	ug/L	91.00
8	Fenitrothion	Target	0	277.00	13.075	0	ug/L	260.00
9	Thiobencarb	Target	0	100.00	13.267	0	ug/L	257.00

# Data Acquisition Parameters

Sampler 
  GC 
  MS 
 Description

Inj. Port: SPL1      Inj. Heat Port: INJ1

Column Oven Temp.:  °C  
 Injection Temp.:  °C  
 Injection Mode:    
 Sampling Time:  min



Carrier Gas: He    Prim. Press.: 500-900

Flow Control Mode:    
 Pressure:  kPa  
 Total Flow:  mL/min  
 Column Flow:  mL/min  
 Linear Velocity:  cm/sec  
 Purge Flow:  mL/min  
 Split Ratio:

Program:

	Rate	Final Temperature	Hold Time
0	-	50.0	1.00
1	20.00	140.0	0.00
2	10.00	280.0	3.00
3	0.00	0.0	0.00

Total Program Time: 22.50 min

Column  
 Name: Rtx-5MS      Thickness: 0.25 um  
 Length: 30.0 m      Diameter: 0.25 mm



# o-ftálsav-észterek: felszíni vízben, talajban, hulladékban

