

Röntgenfluoreszcenciás elemzés a környezetvédelemben

Dr. Pallósi József
Qualitest Lab. Kft
jpallosi@lab.dunaferr.hu

I.1. Bevezetés

Az Európa Tanács 96/61/EC számmal irányelvet tett közzé, amely a környezetszennyezés megelőzéséről és ellenőrzéséről szól.

Ennek alapján több olyan munkadokumentum született a különböző európai műhelyekben, amelyek az egyes iparterületek speciális problémáival foglalkoznak : a környezeti állapotok felmérésével illetve a szennyezés folyamatos mérésével (monitoring rendszer).

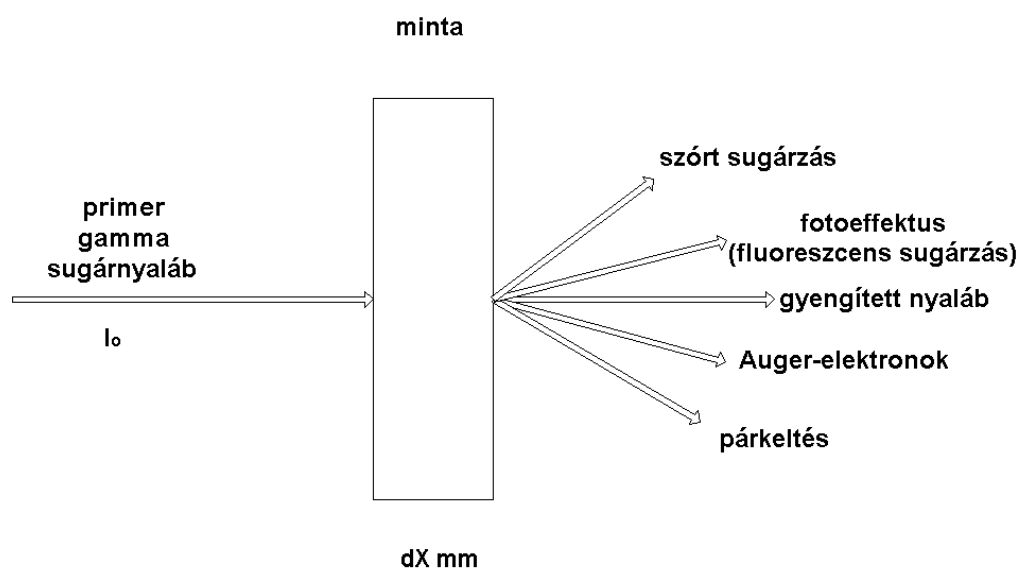
Számos tanulmány és ajánlás született, amely nem csak a felmérésekkel illetve ellenőrzésekkel foglalkozik, hanem egyelőre nem kötelező érvényű javaslatokat tesz a kibocsátott szennyezés egységes csökkentésére. Azonban ilyen új technikára nagy összegeket beruházni csak akkor van értelme, ha ismerjük a jelenlegi alaphelyzetet és a szennyezőanyagok kibocsátását.

A továbbiakban bemutatom a környezetvédelmi célú mérések két speciális lehetőségét, különös tekintettel az áttekintő állapotfelmérésekre.

II.1. A röntgenfluoreszcenciás elemzés alapjai

II.1.1. A gamma-sugárzás kölcsönhatása az anyaggal

A mintánkat (talaj, kőzet, fém, stb) röntgensugár nyalábbal sugározzuk be. Az elektromágneses sugárzás az anyagban való haladásakor elnyelődik, megváltozik az iránya, valamint szekunder folyamatokat kelt. Ezek a kölcsönhatások a nyaláb gyengülését okozzák.



1.ábra. Gamma sugárzás kölcsönhatása az anyaggal

Egy ρ sűrűségű, dx vastagságú anyagrétegre essen egy $I_0(E)$ intenzitású, E energiájú fotonokból álló röntgensugár nyaláb.

Ekkor a másodpercenként kölcsönhatásba lépő fotonok számát jelölje $-dI(E)$.

Következésképpen az anyagon kölcsönhatás nélkül áthaladó nyaláb intenzitása

$$I_0(E) + dI(E)$$

Könnyen belátható, hogy az időegység alatt az anyag atomjaival kölcsönhatásba lépett fotonok száma arányos lesz a beeső nyaláb $I_0(E)$ intenzitásával és a közeg sűrűségével:

$$dI(E) = -\mu(E) I_0(E) \rho dx$$

Itt a $\mu(E)$ arányossági tényező konstans és tömeggyengítési együtthatónak nevezzük
Dimenziója cm^2/g

Egy véges, x vastagságú anyagdarabra kiintegrálva a fenti kifejezést, az anyagon kölcsönhatás nélkül áthaladt fotonok intenzitására kapjuk:

$$\mu(E) = \tau(E) + \sigma_k(E) + \sigma_{in}(E) + \tau_p(E)$$

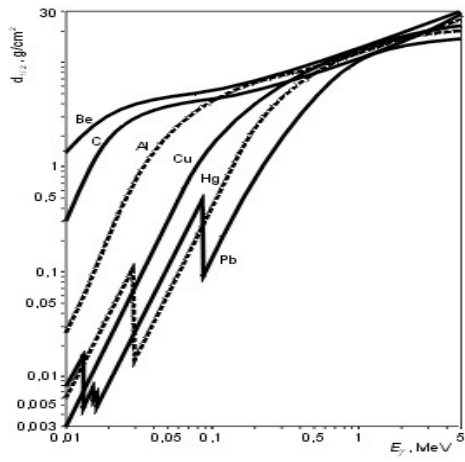
A fenti kifejezésben a $\tau_p(E)$ a párkeltésből származó gyengítési együtthatót jelenti. Mivel a gerjesztő sugárzás energiája esetünkben 100 keV –nél kisebb minden esetben, a továbbiakban ezt a tagot nem kell figyelembe venni

$\tau(E)$ a fotoelektromos tömeggyengítési együtthatót jelenti, ezzel jellemezhetjük az anyagban lezajló fotoelektromos effektust.

Az atomokkal kölcsönhatásba lépő gamma-kvantumok valamelyik belső elektronhéjról egy elektront löknek ki. Az atom a gerjesztett állapotából egy röntgen – foton kibocsátásával bomlik alacsonyabb energiájú állapotba.

Ha ez a sugárzás elhagyja az atomot, akkor megfigyelhetjük a rá jellemző **fluoreszcencia sugárzást**, ha pedig kölcsönhatásba lép valamelyik külső héj elektronjával és kilöki azt, akkor Auger-elektronról beszélünk.

A $\mu(E)$ görbe menete jellegzetes lépcsős szerkezetű. Éles abszorpciós élek lépnek fel valahányszor a $h\nu$ megegyezik a K, L, M, ... héjak valamelyikének ionizációs energiájával.



2. ábra. Tömeggyengítési együttható energiafüggése

II.1. 2. Röntgenfluoreszcenciás spektrométerek

Az előzőekben láttuk, hogy ha egy különböző kémiai elemekből álló mintát röntgen- vagy gamma – sugárzással besugározzunk, akkor az egyes elemek más – más energiájú (= hullámhosszú) fluoreszcencia sugárzást bocsátanak ki. Ezen sugárzások energiájuk szerint szintén a röntgen sugárzás tartományba esnek.

A kibocsátott sugárzás energiája (hullámhossza) a kibocsátó elemre, az intenzitása pedig az adott elem koncentrációjára jellemző.

A feladatunk tehát az, hogy a fluoreszcencia sugárzásokat energia (hullámhossz) szerint szétválogatva megmérjük az egyes összetevők intenzitását, s ebből valamilyen mátrixkorrekciót felhasználva , nemzetközi standardokkal való kalibráció után kiszámítsuk a mért elem koncentrációját a mintában.

II.1. 2.1. Energiadiszerzív spektrométer

A röntgenfluoreszcenciás spektrum mérésének egyik - egyszerű - lehetősége az, hogy a különböző energiájú összetevők szétválasztására a detektorok energiafelbontó képességét használjuk fel.

Ennek a módszernek a gyakorlati megvalósítására a jó felbontású félvezető detektorok kifejlesztése után kerülhetett sor.

Az energiadiszerzív röntgenfluoreszcenciás spektrométer lelke egy 150 – 200 eV felbontású Si(Li) félvezető detektor.

A röntgensóvel vagy gamma – sugárzó radioaktív izotóppal besugárzott mintában keletkezett, s onnan kilépő fluoreszcencia sugárzás útjába helyezzük a detektorunkat.

A detektor jeleit feldolgozva egy sokcsatornás amplitúdó analízátorral, néhány óra alatt felvett röntgenfluoreszcenciás spektrum számítógéppel értékelhető, kirajzoltatható.

A fent vázolt berendezéssel , alkalmas gerjesztőforrást választva általában a 20 rendszámú Ca-tól - más esetekben már a 11 Na – tól – kezdve a periódusos rendszer szinte valamennyi nagyobb rendszámú eleme vizsgálható.

II.1. 2.2. Hullámhossz diszerzív berendezések

Ez a spektrométer család már jóval bonyolultabb felépítésű, nagyobb tudású, jobb felbontású, s ennek folytán jóval drágább is mint az előző.

A röntgensóvel (ritkábban radioaktív izotóppal) gerjesztett mintában keletkező sugárzást egy hajlított kristályra vezetjük, amely a Bragg-elv alapján felbontja a különböző hullámhosszúságú sugárzásokból álló összetett nyalábot alkotóira és egy kör kerületére , térben egymás mellé leképezi az egyes komponenseket, ugyanis a különböző hullámhosszakra a tér , illetve a fókusz kör más – más pontján teljesül a Bragg – feltétel.

Az összetevők intenzitását mérve kiszámíthatjuk az adott hullámhosszú sugárzást kibocsátó elem koncentrációját.

Szekvenciális mérőberendezés esetén a mérendő elem vonalának (a kívánt hullámhossznak) a kiválasztása a detektornak a goniométer körön 2Θ szögértékre, a felbontókristálynak pedig a beeső sugárzás irányával bezárt Θ szögre való beállításával történik. Itt a Θ szög a Bragg – egyenletben szereplő szög.

Ez a fajta berendezés precíziós finommechanikát és a mozgás pontos vezérlésének megvalósítását igényli.

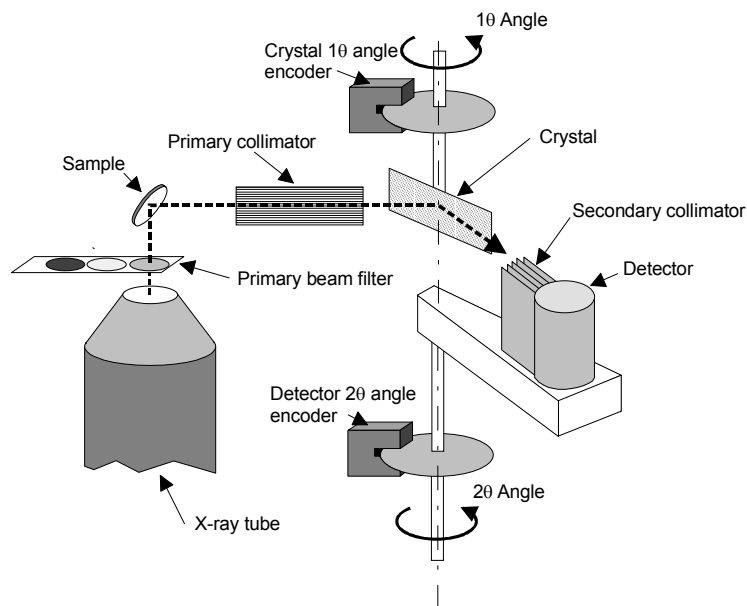
A mai modern berendezésekben a két mozgás között már nincs mechanikus kapcsolat, hanem a forgatás két, mikroprocesszorral vezérelt léptető motorral történik, a beállításokat optikai helyzetértékelőkkel ellenőrzik. Ez a megoldás 0,01 foknál jobb szögbeállást és 0,001 foknál jobb rendkívüli reprodukálhatóságot biztosít.

Detektálásra szcintillációs és proporcionális detektorokat használnak, az alacsony energiatartományban pedig átfolyógáz (90 % Ar + 10 % metán) proporcionális detektort. A detektorok kiválasztását a vezérlő számítógép végzi a mérendő sugárzás energiájának megfelelően.

Ezekben a spektrométerekben már 4 – 8 db felbontókristály található különböző rácsállandókkal az egyes hullámhossz- tartományoknak megfelelően.

Például LiF(200), LiF(220), LiF(420), PET, TLAP, Ge, stb.

Szerves anyagokból extra nagy rácsállandójú kristályok is készíthetők, ezekkel már a nagyon nagy hullámhosszú sugárzás (kis energiák !) is felbonthatók. Ezek alkalmazásával már lehetőség van a 6C elemtől kezdődően a periódusos rendszer összes nagyobb rendszámú elemének vizsgálatára.



3. ábra. ARL szekvenciális spektrométer felépítése

II.2. Mátrixhatás

Tételezzük fel, hogy egy pozíció és kémiai hatások okozta hibáktól mentes, vastag mintát vizsgálunk készülék és operációs hibáktól mentes röntgenspektrométerben.

Ekkor azt várjuk, hogy a vizsgált elem karakterisztikus vonalának intenzitása csak a koncentrációtól függ.

Sajnos, ez csak ritkán, ideális esetben van így, a valóságban a mért intenzitás többnyire eltér a várttól. Az eltérések oka a mátrixhatás.

Mátrixon a vizsgált elem kivételével a teljes mintát értjük. Így egy sok elemből álló minta esetén a mátrix az egyes elemekre más és más.

A mátrix összetételének hatását az analitikus vonal intenzitására a legelterjedtebben az abszorpciós – növekedési hatás néven használják.

Az abszorpciós – növekedési hatás a következő jelenségekből ered:

- a) A mátrix abszorbeálja a primer röntgensugarakat, az abszorpciós tényezője nagyobb vagy kisebb lehet mint a vizsgált elemé.
- b) A mátrix abszorbeálja a karakterisztikus sugárzást.
- c) A mátrix elemei a gerjesztő sugárzás hatására saját karakterisztikus sugárzást bocsátanak ki, s ennek a sugárzásnak az energiája nagyobb is lehet, mint a vizsgált elem analitikus vonalának energiája, s ebben az esetben gerjeszti a vizsgált elemet. Az analitikus vonal intenzitása ekkor már a primer sugárzás gerjesztette intenzitásból és a más elemek karakterisztikus sugárzása által gerjesztett intenzitásból tevődik össze.

Különböző elemzési és kiértékelési módszereket dolgoztak ki a mátrixhatás befolyásának csökkentésére, közömbösítésére.

Ezeket a módszereket két fő csoportba lehet sorolni:

- a) A matematikai módszerek a mátrixhatásokat számítással veszik figyelembe. Ehhez a minta valamennyi összetevőjét ismerni kell.
- b) A kompenzációs módszerek valamilyen módon csökkentik, közömbösítik ezeket a hatásokat. Főleg akkor használják, ha sok elemből álló (pl. kőzet, talaj) minták esetén néhány elem meghatározására van szükség.

-

II.3. Mátrixhatás korrekciós módszerek

II.3.1. Alapparaméteres módszer

Az ismeretlen mintát alkotó minden elem karakterisztikus vonalának intenzitását megmérjük, majd a mért értékek alapján megadunk egy feltételezett összetételt. Ezután atom- és magfizikai egyenletek segítségével kiszámítjuk rendre az összes fluoreszcencia vonal intenzitását és összehasonlítjuk a mért értékekkel.

Ezután módosítjuk az összetételt és újra elvégezzük az összehasonlítást.

A fenti eljárást addig folytatjuk, amíg a mért és a számított intenzitásértékek megegyeznek. Az ekkor kapott koncentrációértékek adják az aktuális összetételt.

Régebben a módszert elsősorban fémötvözetek vizsgálatára használták jó eredménnyel. Ahol az összetevők száma kicsi. A számítógépek kapacitásának növekedése miatt ma már jól használható talaj – és geológiai minták elemzésére is.

Az utóbbi időben az energia-diszperzív spektrométerek területén végbement nagyarányú fejlődés lehetővé teszi a módszer használatát ezen a területen is.

II.3.2. Matematikai módszerek

Numerikus matematikai módszereket csak kompakt (teljes) minták esetén lehet igazán jó eredménnyel használni a mátrixhatás korrekciójára, azaz olyan minták esetén, ahol a minta összes alkotóeleme mérhető az adott berendezéssel.

A mérési eredményekből a koncentráció kiszámítására különböző algoritmusokat használnak. Ezeket két fő csoportba soroljuk:

a./ Koncentrációról függő algoritmusok: Itt először a mért intenzitásokból kiszámítjuk az elemek koncentrációját, majd az elem koncentrációját korrigáljuk más, rá hatást gyakoroló elemek koncentrációival a megfelelő egyenletek alapján.

b./ Intenzitástól függő algoritmusok: Az elem mért intenzitását korrigáljuk más, rá hatást gyakoroló elemek mért intenzitásaival a megfelelő egyenletek alapján, majd a korrigált intenzitásértékből számítjuk ki a kalibráló egyenes (görbe) alapján a koncentrációt.

II.3.3. Kompenzációs módszerek

Egy másik nagy csoportja az XRFA elemzési eljárásoknak nem figyelembe venni, hanem közömbösíteni akarja a mátrixhatásokat.

Ezek a kompenzációs eljárások három fő csoportba oszthatók:

a./ Külső standard vagy közvetlen összehasonlítás módszere

Az ismeretlen minta koncentrációját úgy határozzuk meg, hogy a mért fluoreszcencia-intenzitást összehasonlítjuk egy ugyanolyan típusú, ismert koncentrációjú minta fluoreszcencia – intenzitásával.

Ez az összehasonlítás csak akkor megfelelő, ha a vizsgált elemet ugyanolyan mátrix tartalmazza és az intenzitás monoton függvénye a koncentrációnak.

b./ Belső standard módszer

Általánosan alkalmazott spektroszkópai eljárás, ha ismeretlen, változó mátrixú mintákat vizsgálunk.

A röntgenfluoreszcenciás analízis esetén a mintához olyan elemet keverünk ismert mennyiségben, amelynek a fluoreszcencia tulajdonságai hasonlóak a vizsgálni kívánt elemhez. Az analitikus és a külső standard elem intenzitásainak aránya független lesz a mátrixtól, csak a koncentrációk arányától függ.

A belső standard kiválasztásánál figyelembe kell venni, hogy a hozzáadandó elem hiányozzon az eredeti mintából, valamint a minta többi elemével való kölcsönhatásának rendkívül hasonlóan kell lennie, mint az analitikus elemnek.

c./ Addíciós módszer

Az addíciós módszer tulajdonképpen a belső standard eljárás egy speciális esete: Ekkor magát az analitikus elemet adjuk ismert mennyiségben a mintához.

d./ Szórt sugárzás , mint belső standard módszer

A gerjesztő röntgensugárzásnak a mintáról inkoherensen szóródott részét (Compton – szórás) belső standardként felhasználva nagymértékben csökkenteni lehet az egyes mintajellemzők (összetétel, abszorpciós tényező, szemcseméret, stb...) változása valamint a készülékparaméterek ingadozása okozta elemzési pontatlanságokat.

II.4. Röntgenfluoreszcenciás elemzés standardok nélkül: UNIQUANT

Az alfa-paramétereket felhasználó mátrixkorrekciós módszeren alapuló, szekvenciális röntgenfluoreszcenciás spektrométereken alkalmazható elemzési módszer alkalmas különböző fémötvözetek, műgyantába ágyazott apró fémdarabkák, valamint porból préselt tabletták, ömlesztett minták mennyiségi elemzésére. Könnyen elemezhető kis mennyiségű porminták bórsav-lapkára préselve (min. 0,2 g) valamint szűrőpapírra felvitt rendkívül kis mennyiségű porminta (min. 0,05 g).

Lehetőséget ad a szubsztráton lévő sok elemből álló egyrétegű bevonat és egy elemből álló többrétegű bevonat elemzésére is.

20 - 30 perc alatt meg lehet határozni a periódusos rendszer Na-nál nagyobb rendszámú 72 + 1 elemét, beleértve a lantanidákat is. A +1 elem az So, azaz a S mellett külön meghatározható az oxigénhez kapcsolódó kén is.

II.4.1. Bevezetés

Az ötvenes években először alkalmazott röntgenspektrométerek csak kvalitatív és semi-kvantitatív vizsgálatokra voltak használhatóak. A rövidesen bevezetett mennyiségi elemzés a típus standard módszeren alapult, azaz a mintákat a hasonló összetételű standardokhoz hasonlította.

A hatvanas években az alkalmazások egyre inkább a mennyiségi elemzések felé tolódtak el. A nagymennyiségű standard használatát a matematikai korrekciós módszerek váltották fel.

Ekkor kezdték el alkalmazni az elemközi hatások (mátrixhatások) figyelembe vételére az un. alapparamétereket (alfákat).

Ez az alapja a UNIQUANT elemzési módszernek

II.4.2. Kísérleti rész

II.4.2.1 Készülék

A mérések elvégzésére ARL 8410 szekvenciális röntgenfluoreszcenciás spektrométert használunk. Gerjesztő forrás 3 kW-os Rh-anódú röntgenső. 9 db felbontókristály és 2db detektor helyezkedik el a goniométeren. A gerjesztő sugárzás szűrésére Cu, Fe, és Al primér szűrő áll rendelkezésre. A mérések vákuumban történnek

II.4.2.2 Minták, mintaelőkészítés

Az elemzési módszer tesztelésére nemzetközi standard kőzetmintákat használtam, amelyekből 20 % Wax Hoechts C hozzáadásával préseltem 30 mm átmérőjű tablettákat. Kis mennyiségű porminták esetén 3 g bórsavból lapkát préseltem, majd erre terítettem a 20 % kötőanyaggal összekevert mintát és rápréseltem.

Fém mintákból csiszolással készítettem 40 - 50 mm átmérőjű sima felületű korongot, vagy kis fémdarab esetén a mintát műgyantába ágyaztam és együtt csiszoltam meg.

II.4.2.3 Alkalmazott analitikai módszer

Az ARL 8410 spektrométerrel a 72 elem K vagy L-vonalának intenzitását, valamint különböző helyeken a háttér intenzitását a UNIQUANT által felkínált vonalkönyvtárban definiált paraméterekkel mértem meg. A koncentráció értékeket a számított háttér levonása után, a vonalátlapolódások figyelembevételével, az un. Kappa-egyenletek segítségével számítottam ki. Szükség esetén számításba vettem a kisebb mintafelületet és a kis mintatömegeből adódó kisebb mintavastagságot.

II.4.3. Eredmények, következtetések

A fenti mintaelőkészítési módszereket használva különböző nemzetközi fém-, kőzet és talaj standardokból készített mintákat elemeztem meg az előzőekben ismertetett UNIQUANT analitikai módszerrel, az alapparaméteres mátrixkorrekciós módszert használva a rendkívül változó összetételű mintákban fellépő mátrixhatások korrigálására. A kapott koncentráció értékeket összehasonlítottam az irodalmi értékekkel.

Az összehasonlítások azt bizonyítják, hogy a módszer kitűnően megfelel a legkülönbözőbb alapú fémötvözetek összetételének meghatározására még beágyazott kis fémminták esetén is anélkül, hogy a berendezést külön kalibrálnánk a megfelelő fajta ötvözetre.

A széles határok között változó összetételű kőzetminták vizsgálata szintén meggyőz arról, hogy a mátrixhatásokat igen jó hatásokkal tudja figyelembe venni a Kappa-formalizmus és nem csak a fő kőzetalkotók esetén, de a nyomelemek vizsgálatakor is jó az eredmények egyezése az irodalmi értékekkel.

Különösen jelentős, hogy kezelni lehet vele a vékony mintákat, és így kevés mintából is rövid idő alatt meghatározható 72 elem.

A különböző röntgenfluoreszcenciás spektrométereket gyártó cégek által más-más néven forgalmazott szoftver új lehetőségeket nyit a vizsgáló laboratóriumokhoz küldött minták kezelésében:

Problémamentesen vizsgálhatók a laboratóriumba küldött, nem a labor profiljába tartozó összetételű minták a berendezés külön kalibrálása nélkül is. Az esetek 70 %-ban a mérések pontossága elegendő és nincs szükség további vizsgálatra.

A teljes áttekintő vizsgálat (72 elem!) olyan új információt is szolgáltat, amire a megrendelő nem is gondolt.

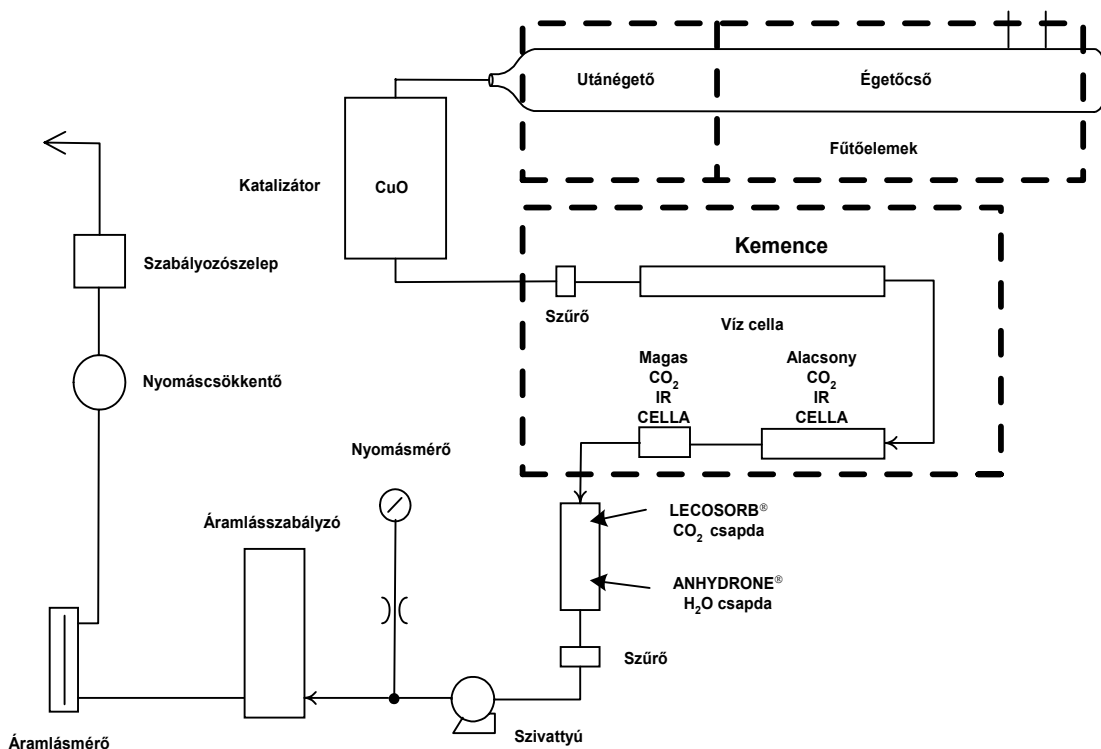
Az áttekintő vizsgálat segít a további szükséges elemzési módszerek kiválasztásában.

Nagyteljesítményű elemzési lehetőség kőzetminták, ércek, talajminták, kis mennyiségű por alakú minták vizsgálatára.

II.5. TIC és TOC értékek gyors meghatározása talajmintákból

Gyors elemzési módszer lehetőséget ad a talajminták szerves formában kötött (**TOC**: Total Organic Carbon) és szervesen vegyültként jelen lévő (**TIC**: Total Inorganic Carbon) szén koncentrációjának meghatározására.

A minta hevítésekor a mintából kilépő CO_2 gázt és a vízgőzt az infravörös elnyelésük alapján detektáljuk. A LECO RC-412 berendezésben rendelkezésre áll 1 db IR cella a víz elnyelésének, 1 db IR cella az alacsony CO_2 koncentrációjú, 1 db IR cella pedig a magas CO_2 koncentrációjú gáz elnyelésének detektálására.



4. ábra. LECO RC-412 analízátor felépítése

Az általunk használt berendezés ellenállás fűtésű kemencéjét programozott fűtési sebességgel lehet a kívánt hőfokra felfűteni és meghatározott ideig ott tartani. Egymás után több hőfoklépcsőt is lehet definiálni, valamint a minta hevítését oxigén vagy nitrogén atmoszférában is el lehet végezni.

Oxidáló atmoszférában végezve a minta hevítését a szén minden formáját szén-dioxiddá konvertáljuk (kivéve néhány nehezen bomló karbidot). A szerves szénvegyületek égésekor a szén-dioxid mellett víz is keletkezik, így a H_2O és a CO_2 elnyelésének coincidenciáját vizsgálva a szerves formában jelen lévő szén koncentrációját határozhatjuk meg.

Ha inert atmoszférában hevítjük a mintát, természetesen csak a minta nedvességtartalmának megfelelő vizet és a karbonátok bomlásából származó szén-dioxid alapú szén tudjuk detektálni.

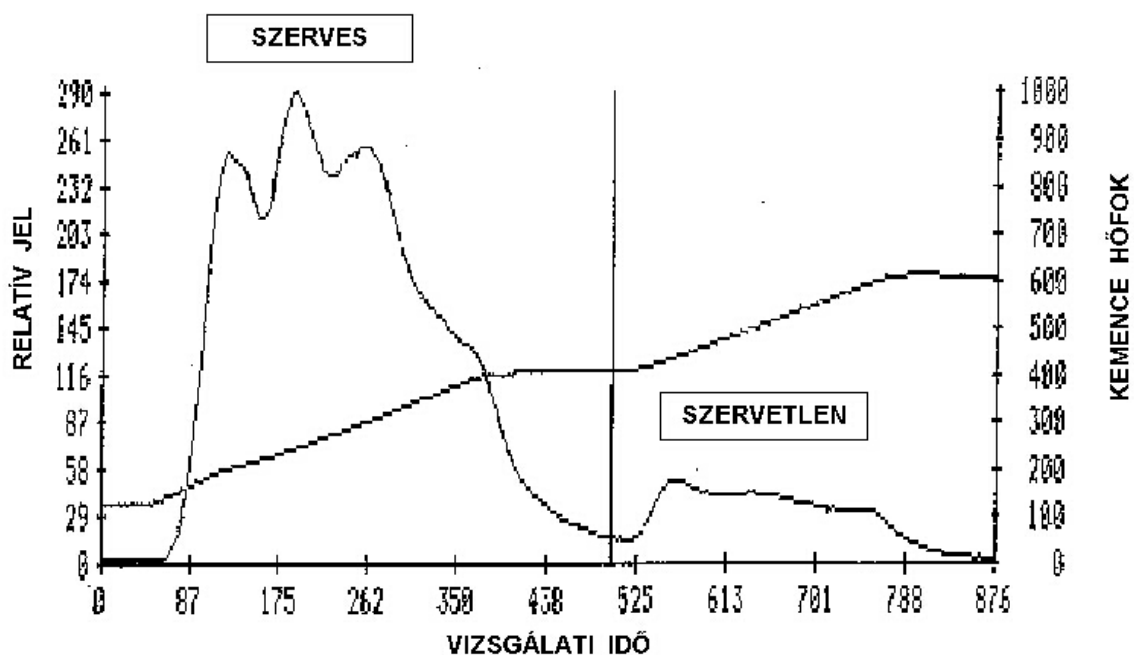
Talaj- és kőzetminták széntartalma

A 100 μm alá porított mintákból 0,25 g -ot mérünk be a kvarc csónakba és 80 C° és 1000 C° között 100 C° / perc sebességgel fűtjük fel.

- Az illékony szerves vegyületek egy része már a 90 - 100 C° tartományban megjelenő H₂O és a CO₂ elnyelésének coincidenciájával bizonyítja égését az oxigén atmoszférában.

- A 200 C° - 300 C° tartományban fellépő nagymértékű elnyelés a CO₂ és a H₂O sávjában azt mutatja, hogy a szerves komponensek főleg ebben a hőmérséklet tartományban távoznak.

1. A 600 C° felett megjelenő CO₂ abszorpció a karbonátok jelenlétére utal. Ezt bizonyítja az is, hogy a nitrogén atmoszférában történő hevítéskor is megjelenik a CO₂ a karbonátok bomlása miatt.



5. ábra. Talajminta szén-tartalmának termikus spektruma

A fentiek alapján:

1. Nitrogén atmoszférában a 105 C°-on mért H₂O abszorpciója a talaj szabad víz tartalmát, 700 C° -on pedig a kötött víz tartalmát adja meg.
2. Nitrogén atmoszférában a 700 C° feletti hőmérsékleten a CO₂ mérésével a karbonátok bomlásából származó TIC értéket kapjuk.
3. Oxigén atmoszférában a 105 C°-on a szerves illékony vegyületekből származó, míg 600 C° -on az egyéb szerves vegyületekből származó CO₂ és H₂O -t mérjük, azaz összességében a TOC -ot.
4. Az összes mért koncentrációk összege adja az izzítási veszteséget.

III. A kombinált módszer előnyei, korlátai

A fent ismertetett elemzési módszerekkel viszonylag gyorsan lehet egy áttekintő képet nyerni egy – egy terület szennyezettségének mértékéről és fajtájáról.

Az esetek jó részében a felméréndő területekről kevés vagy nem teljesen korrekt információk álnak rendelkezésre - különböző okokból.

A felméréndő terület megmintázása után , a mintákat szakszerűen előkészítve kétfajta elemzés stratégia követhető:

A porított mintákat megelemezzük egy UNIQUANT vagy hasonló elemzési eljárással, amit kiegészítünk a TIC - TOC elemzésekkel, hogy áttekintsük a területet, majd ennek alapján a megszedett mintákat néhány elemre más, pontosabb módszerrel megelemezzük. Szükség esetén egyes részeken a mintavételt megismételhetjük illetve sűrítethetjük a szennyezettség mértékétől és kiterjedésétől függően.

Ha a szerves anyagokból , elemekből például magasan a határérték feletti koncentrációt találunk, az elemzést nem érdemes más módszerrel megismételni, hiszen messze a határ felett teljesen mindegy, hogy a kapott koncentráció 5 % vagy 20 % relatív hibával terhelt. Ha azonban a mért koncentráció a határérték közelében van, vagy attól függ, hogy valamely anyag veszélyes hulladék kategóriába kerül vagy sem, ekkor az adott elemekre pontosabb módszert választva az elemzést el kell végezni.

Minden esetben szem előtt érdemes tartani azonban, hogy a mintavétellel mekkora hibát vittünk be eleve az elemzésbe: A mintavételi hely ismeretében el kell dönteni, hogy érdemes –e nagyobb pontosságra törekedni, hiszen lehetséges, hogy ha 0,5 m-rel arrébb vesszük a mintát vagy kavicsos területen egy nagyobb kavicsot beleveszünk, ezzel sokkal nagyobb hibát viszünk a felmérésbe, mint amit a mérsékelt pontosságú elemzési módszer okoz. Ugyanakkor ezzel az áttekintő elemzéssel olyan elemekről is kapunk adatot, amelyek fontosak, vagy fontosak lehetnek, de információ hiányában vizsgálatukra nem is gondoltunk.

A TIC - TOC gyors vizsgálatok lehetőséget adnak a mintáink válogatására, hiszen nyilvánvalóan , ha a mintában nincs vagy csak nagyon kevés szerves anyag van (alacsony TOC) , akkor felesleges és pénzkidobás a drágább, lassabb és bonyolultabb szerves elemzések elvégzése. Természetesen , ha más szempontok vagy előírások ezt megkövetelik, akkor nincs választási lehetőség.

A másik követhető stratégia, ha a terület alapos ismeretében vagy az előírások miatt biztosan tudjuk milyen elemek koncentrációját kell meghatározni. Ebben az esetben az alkalmasan megválasztott analitikai módszerrel vagy a meglévő előírásoknak megfelelő eljárással végezzük el a vizsgálatokat.

Az analízis befejezése után a terület, terep megfelelő ismeretében értékelhetjük a kapott eredményeket és dönthetünk a további feladatokról.

Mindenképpen ajánlott azonban, hogy a felmérés végleges lezárásáig és az esetleges kármentesítés befejezéséig gondosan csomagolva és tárolva őrizzük meg a mintákat .

Irodalom:

1. Betrin: Principles and practice of X-ray spectrometric analysis, Plenum Press, New York-London, 1979
2. Tertian – Claisse: Principles of quantitative x-ray fluorescence analysis, Heyden, London, 1982
3. Birkelbach – Ohls: Quick determination of TIC and TOC in soil samples, GIT Fachz.Lab. 12/95, p.1125-1128
4. Cizek – Borek – Fiala – Bogdain: New analytical method for determination and speciation forms of carbon, Microchim. Acta, 1990, III, 163-170