



# LAGINAREN (AURRE)TRATAMENDUA: OROKORTASUNAK

Laginaren (aurre)tratamendua: SARRERA

# Sarrera

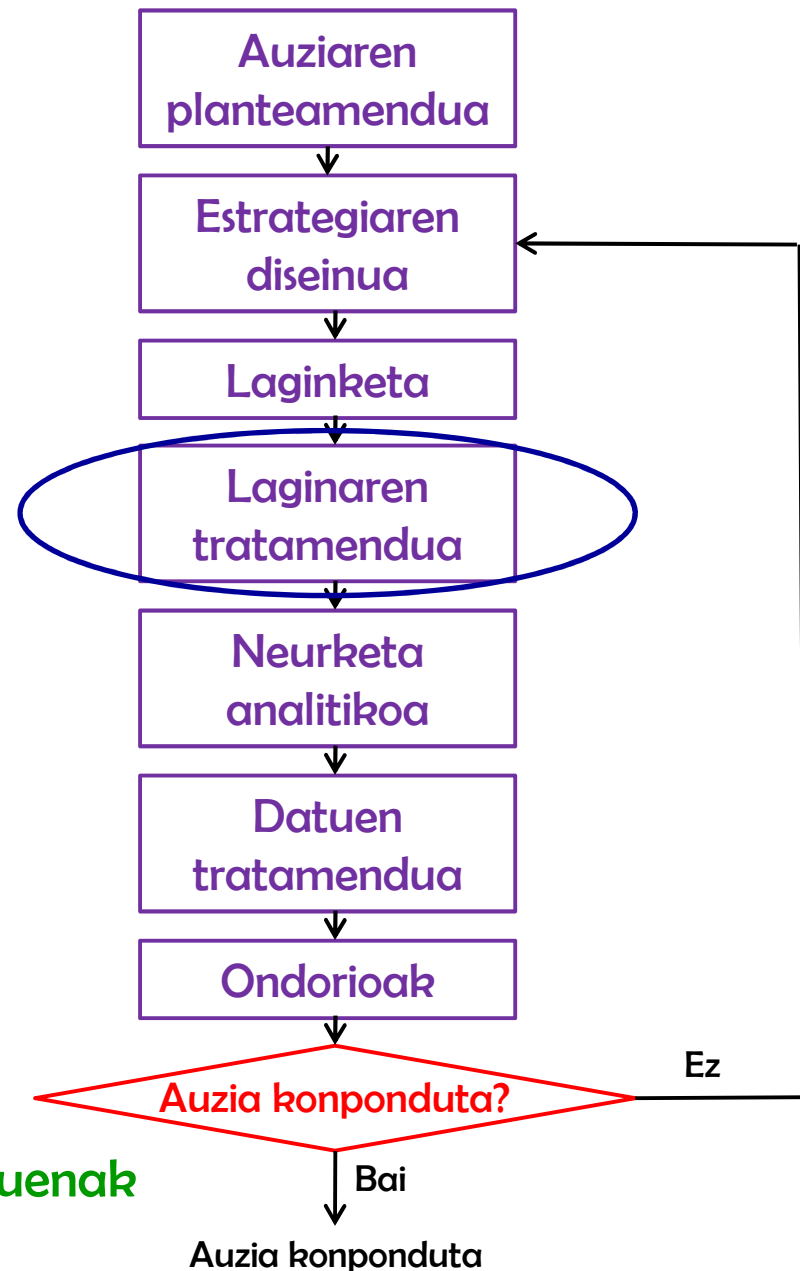
## Laginareen tratamendua:

- Lagina biltzearen eta neurketa analitikoaren arteko urratsen segida

✓ Aurretratamendua

✓ Tratamendua

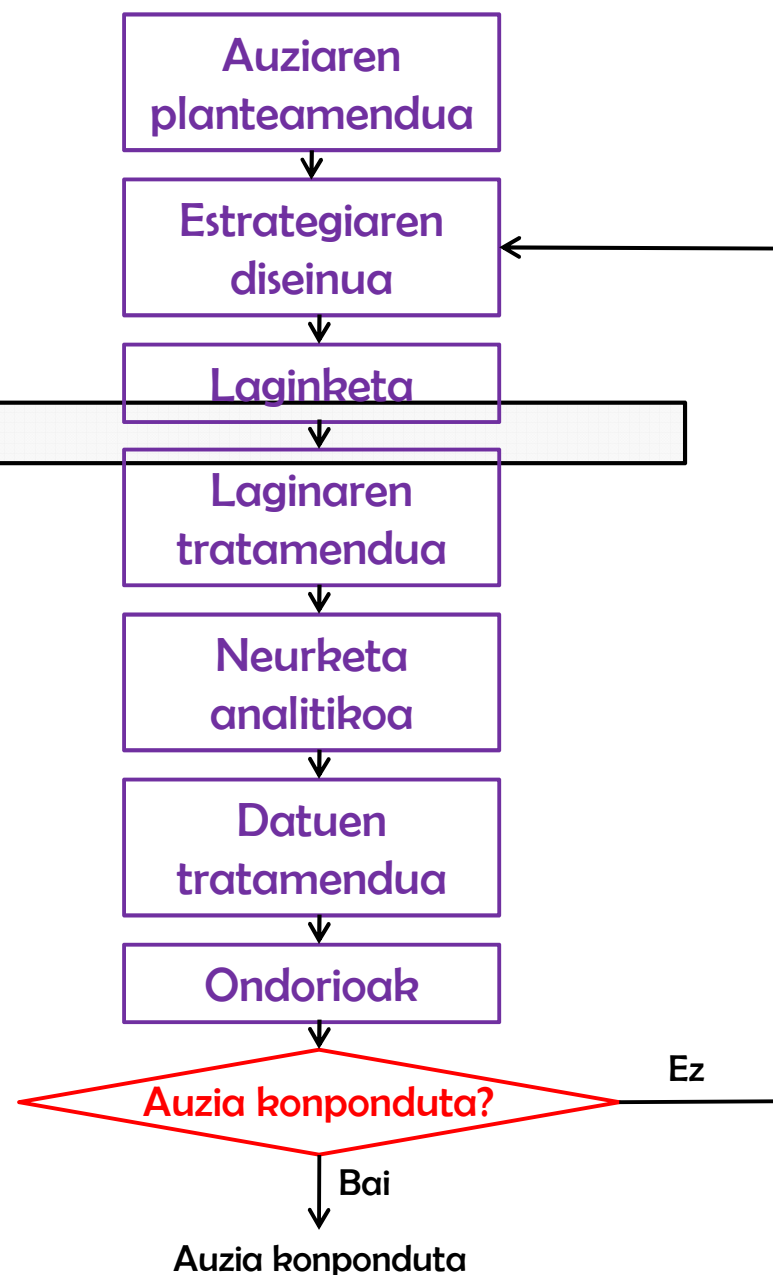
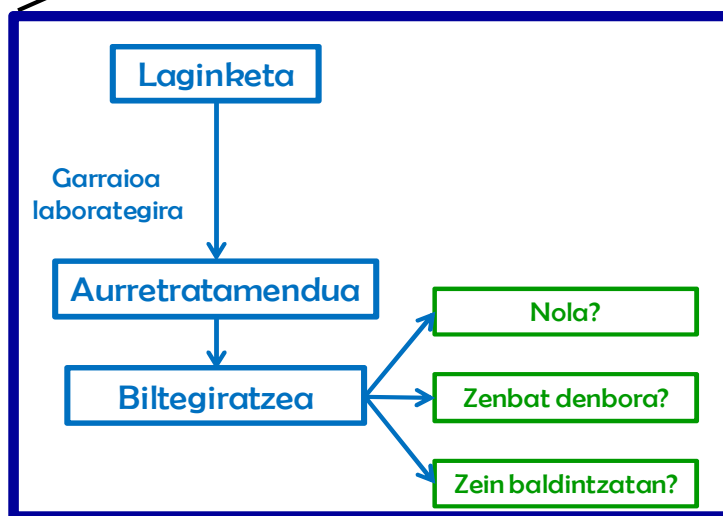
- Urrats luzeenak
- automatizatzeko zailenak
- errorearen iturririk garrantzitsuenak



# Sarrera

## Laginareen aurretratatamendua:

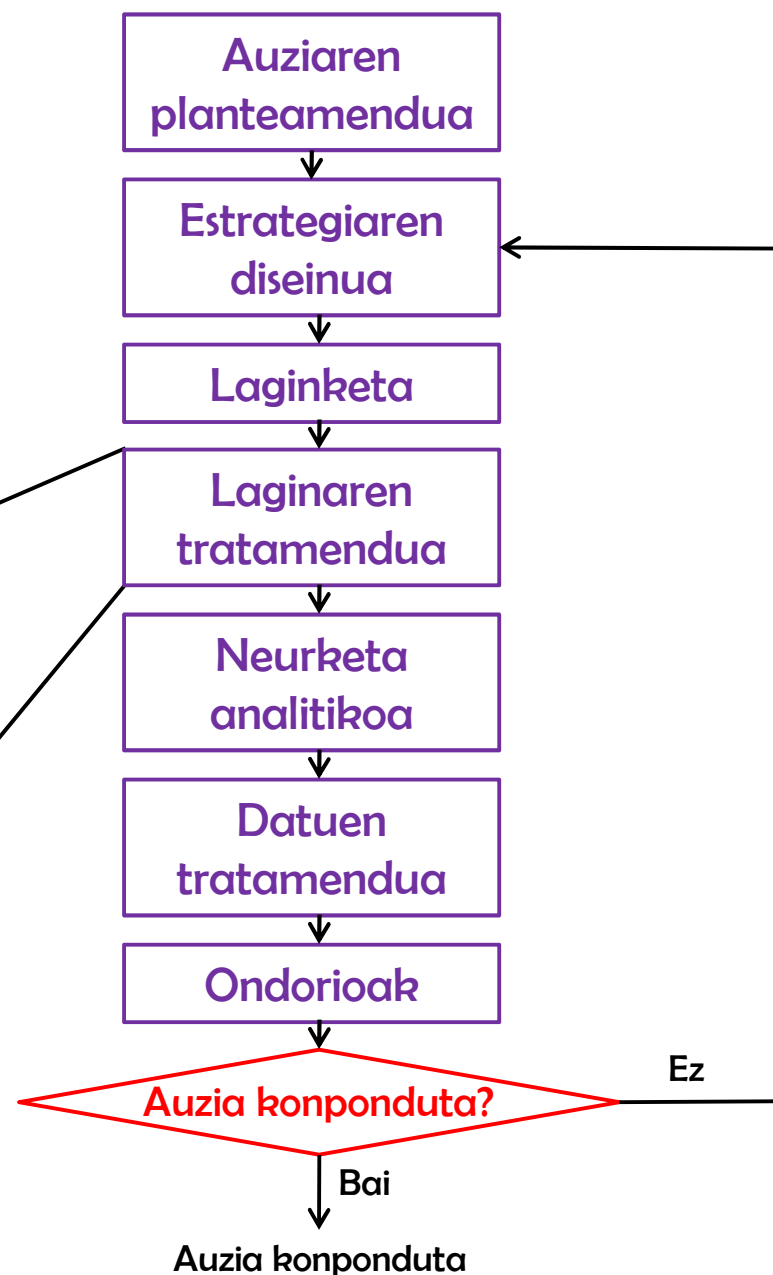
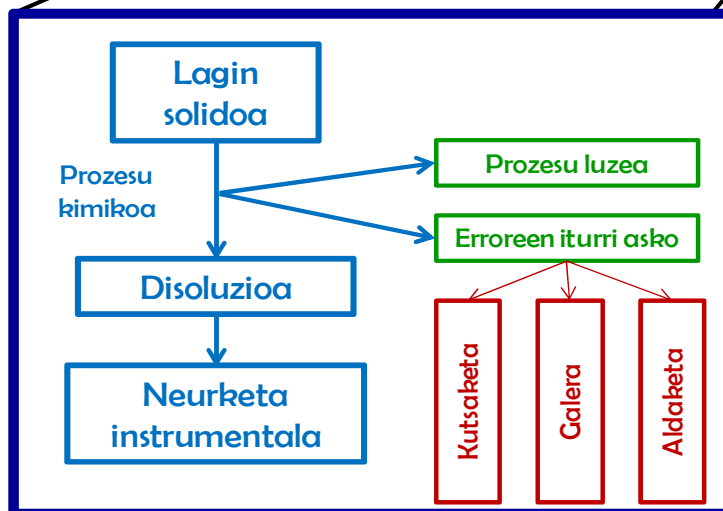
- Garraioa
- Aurretratatamendua
- Biltegitratzea



# Sarrera

## Laginaren tratamendua:

- Lagin solidoa (edo analitoak)  
→ fase likidora
- Prozesu luzea, automatizatzeko zaila
- Erroreen balizko iturriak, ugariak



# Sarrera

- Laginaren osagaiak:

- ANALITOA
- MATRIZEA

Analitoa	Matrizea	Adibidea
Solidoa	Solidoa	Mo-a altzairutan
	Likidoa	Partikulak esekiduran
	Gaseosoa	Partikulak ketan
Likidoa	Solidoa	Hidrokarburoak lurzorutan
	Likidoa	Etanola ardotan
	Gaseosoa	Hezetasuna airean
Gaseosoa	Solidoa	Rn-a lurzorutan
	Likidoa	Karbonatoa uretan
	Gaseosoa	Ozonoa atmosferan

- Laginaren (aurre)tratamendua: baldintzak

- analito(ar)en galerak minimizatzea
- determinazio-metodoak eskatzen duen egoera fisikoa eta kimikoa kontuan hartu
- matrizeak eragin ditzakeen interferentzien eragina saihestu
- interferentzia berririk ez sortu
- analito(ar)en aurrekontzentrazioa edo diluzioa

# Sarrera

- (Aurre)tratamenduaren eraginkortasuna:
  - etekina ↑ galerak ↓
  - analitoen adsortzioa ontziko hormetan
  - analito lurrunkorren galerak
  - deskonposizio fisiko, kimiko eta biologikoak
  - gasen edo likidoen transferentzietan galerak
  - nahigabeko galerak

$$\% \text{ etekina} = \frac{\text{neurtutako analitoaren kontzentrazioa}}{\text{benetako analitoaren kontzentrazioa}} \times 100$$

Etekin  
estimatzeko



- I. erreferentziazko material ziurtatuak (CRM)
- II. laginen dopaketa

# Sarrera

- (Aurre)tratamendua aukeratzeko orduan kontutan hartu behar dira **analisiaren oinarritzko ezaugarriak**:
  - Analito(ar)en kontzentrazioa
  - matrizearen izaera
  - laginaren egoera fisikoa
  - neurketarako erabiliko den prozedura



# Sarrera

	1g/Kg		100 mg/Kg		100 µg/Kg
<b>Nagusiak</b>	0.1%	<b>Txikiak</b>	0.01%	<b>Trazak</b>	10 <sup>-5</sup> %
	1000 ppm		100 ppm		100 ppb

- Analisiaren helburuak:
  - **Analisi ez-organikoa**: analisi elementala edo espeziazioa
  - **Analisi organikoa**: eduki osoa edo banakakoena
  - **Laginaren tamaina**: mikro (< 0.01 g); makro (> 0.01 g)
  - **Analitoaren tamaina**:
    - osagai nagusiak, (>%0.1); osagai txikiak (%0,1-%0,01); aztarnak (%0.01-%10<sup>-5</sup>); ultra-aztarnak (<%10<sup>-5</sup>)
    - kontzentrazioa ↓ ⇒ ziurgabetasuna ↑
    - **sentikortasuna**: kontzentrazioaren aldaketa txikiak neurtzeko ahalmena
    - **detekzio-muga**: teknikak neur dezakeen kontzentraziorik baxuena



# Sarrera

- **Laginak ez kutsatu!!** prozesuan zehar analitoaren edo interferentzien kontzentrazioak gora egiten du
  - Laborategiko ingurua: fluxu laminarrezko kabinak, gela garbiak
  - Erreaktiboak: ahalik eta puruen
  - Ontziak: lagin eta erreaktiboekin ahalik eta bateragarrienak
  - **Zuria**: analitorik ez duen eta prozedura analitiko osoa jaso duen lagina → detekzio-muga finkatu
- **Segurtasuna**: Segurtasun-neurriak hartu
- **Interferentziak**: daudenak minimizatu eta ez sortu berriak

# Aurretratamendu fisikoak

- **Lehorketa:**

- airean
- labean 105°C-tan
- liofilizazioa:
  - presio (2-4 mmHg)
  - temperatura (-30°C) ↓
- kiskalketa: 300-1000°C → mineralak lehertzeko



*liofilizatzailea*

## **Kontuz!**

- Laginaren deskonposizioa ez aukeratutako tenperaturan
- Analito hegazkorren galerarik ez

# Aurretratatamendu fisikoak

- **Lehorketa:**

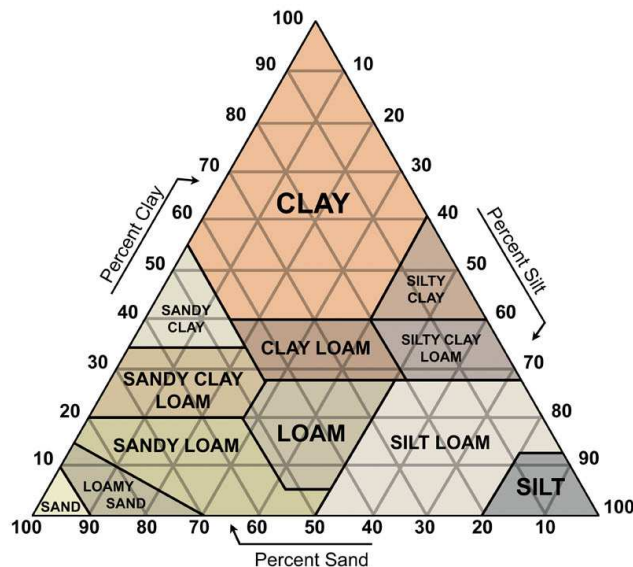


Labean lehortautako zenbait matrizezako analitoen galerak				
Elementua	Matrizea	Tenp.	Denbora (orduak)	Galera (%)
Cd	Gibela	110	16	1
Co	Ostrak	110	24	14
Cr	Odola	120	16	3
Fe	Ostrak	110	16	5
	Odola	110	16	3
Hg	Planktona	60	50	60
	Gibela	80	72	5
	Muskuilua	120	24	21
Pb	Ostrak	120	48	20
Mn	Ostrak	110	48	14
Zn	Ostrak	110	24	9

# Aurretratamendu fisikoak

- **Bahetzea:**

- Lagin solido eta lehorren tamainaren arabera banaketa
- grabitatez edo mekanikoki sare-begi desberdinetako galbahetatik pasa arazi



Lurren sailkapena USDA-ren (United State Department of Agriculture delakoaren) arabera



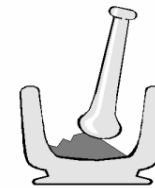
*baheak*



# Aurretratatamendu fisikoak

- **Ehotzea:**

- lagin homogeneoagoak, azpilaginketa errazagoa
- disolbatzeko lagin errazagoak
- itxura fisiko desberdinetan presta daitezke laginak (pilulak, xaflak, ...)
- almaizak eta boladun errotak
- tenperatura igotzen da: analito lurrunkorren galerak saihestu



*almaiza*

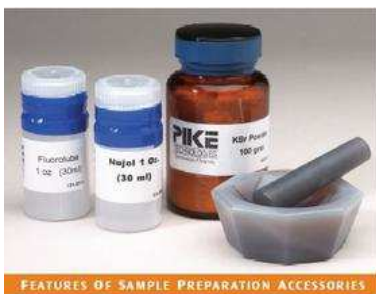


*boladun mortairua*



# Aurretratatamendu fisikoak

- **Egoera solidoko prestatze-lanak:**
  - **mozketa:** lagin biologikoen behaketa mikroskopikoan
  - **gainazalaren leunketa:** hainbat teknika espektroskopikok eskatzen dute
  - **trinkoketa:** lagina trinkotu pilula baten forman (IR)
  - **moldeaketa:** lagina geruza finetan



# Aurretratamendu fisikoak

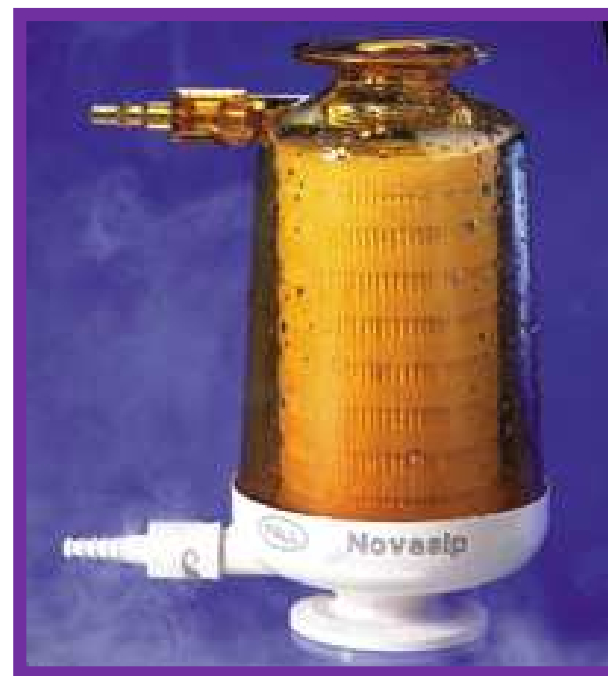
- **Lagin likido edo gaseosoen iragazketa:**
  - **Helburua:** lagin gaseosoetatik eta likidoetatik partikula solidoak eliminatzea/banatzea
  - **Zergatia:**
    - partikula solidoek analitoen determinazioa oztopatu (ICP/MS)
    - partikula solidoen eta gasaren edo likidoaren konposizio desberdinak (PAH-ak airean)
  - **Iragazkiak:**
    - Materiala: zelulosa, beira-artilea, polikarbonatoa, tefloia,...
    - Poroaren tamaina:
      - ✓ iragazketa: 0.45, 0.22, ... $\mu\text{m}$ ; mikroiragazketa:  $< 0.1\mu\text{m}$ )

# Aurretratatamendu fisikoak

- **Lagin likido edo gaseosoen iragazketa:**



*likidoen iragazketa*



*gasen iragazketa*



# Aurretratamendu fisikoak

- **Lagin likidoen azidifikazioa:**

- **Helburua:**

- Analito(ar)en kontserbazioa faboratzea
- Materia organikoa eliminatzea

- **Adibideak:**

- Metalak ur naturaletan:  $\text{HNO}_3$  1%
- Materia organikotan aberatsak diren laginen analisia: oxidazioa ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{HNO}_3$ ,...)



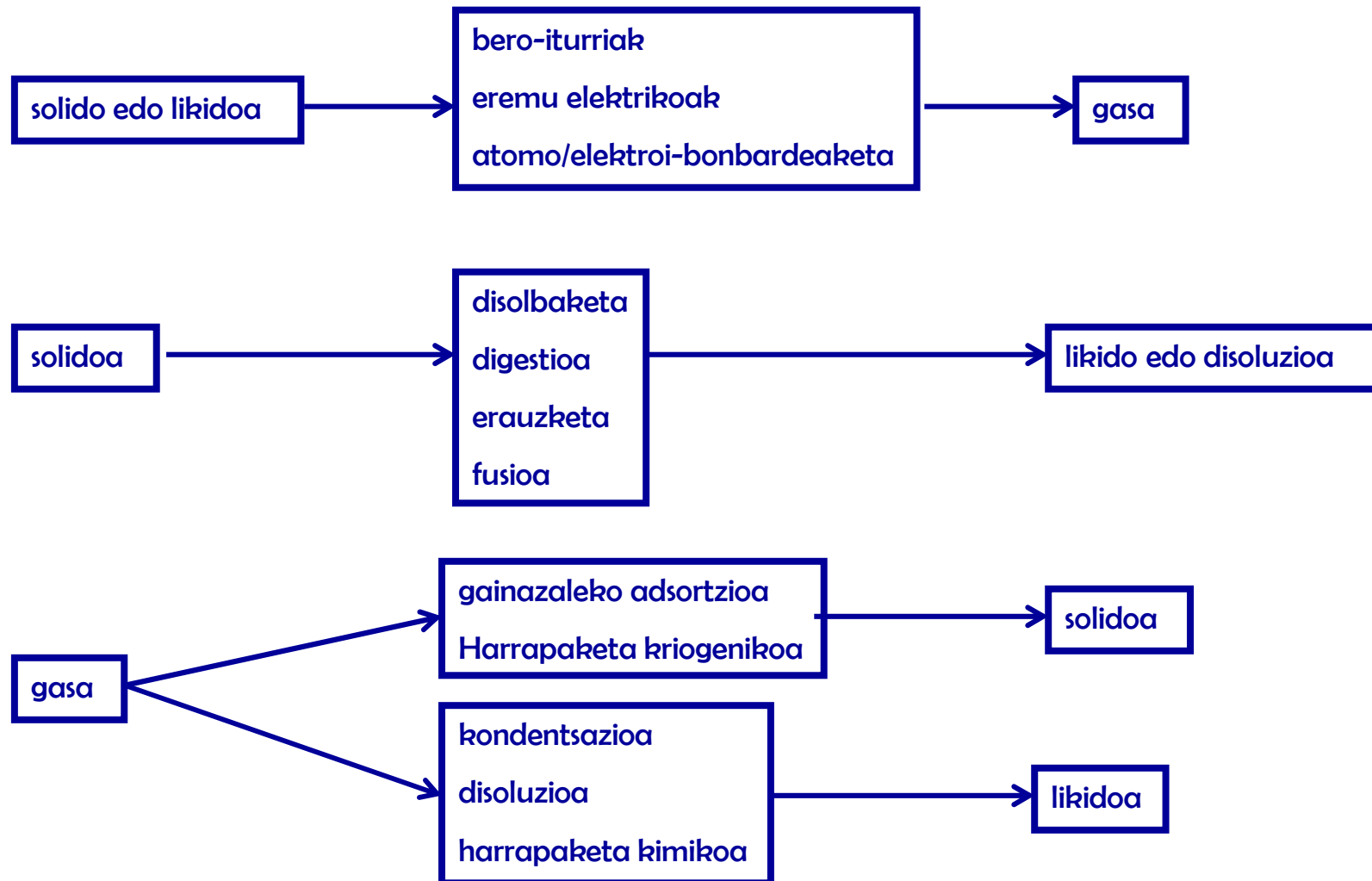
# Egoera fisikoaren aldaketarako prozedurak: **laginaren tratamendua**

- **Disoluzioa:** solutuaren eta disolbatzailearen arteko nahaste homogeneoa, aldaketa fisiko zein kimikorekin
- **Digestioa:** laginaren deskonposizioa (kimikoa edo enzimatikoa) fase likidora ekarriz
- **Deskonposizioa:** laginaren disolbatzailerik gabeko deskonposizioa
- **Lehorketa:** uraren/hezetasunaren eliminazioa
- **Adsortzioa/Desortzioa:** solido baten gainazalean gertatutako harrapatze/askatze-prozesuak
- **Harrapaketa:** osagai kimikoen erretentzioa: izozketa, adsortzioa, erreakzio kimikoak...

# Egoera fisikoaren aldaketarako prozedurak: **laginaren tratamendua**

- **Lurrunketa**: gas-egoerara pasatzea
- **Ablazioa**: solido baten gainazaleko partikulak txikitu eta gas-egoerara pasatu
- **Atomizazioa**: atomo bakunetan apurtzea
- **Ionizazioa**: atomo/molekula kargadun espezieak lortu
- **Fusioa**: solidoen urtzea
- **Erauzketa**: fase batetik besterako transferentzia fisikoa
- **Lixibiazioa**: solido-likido erauzketa

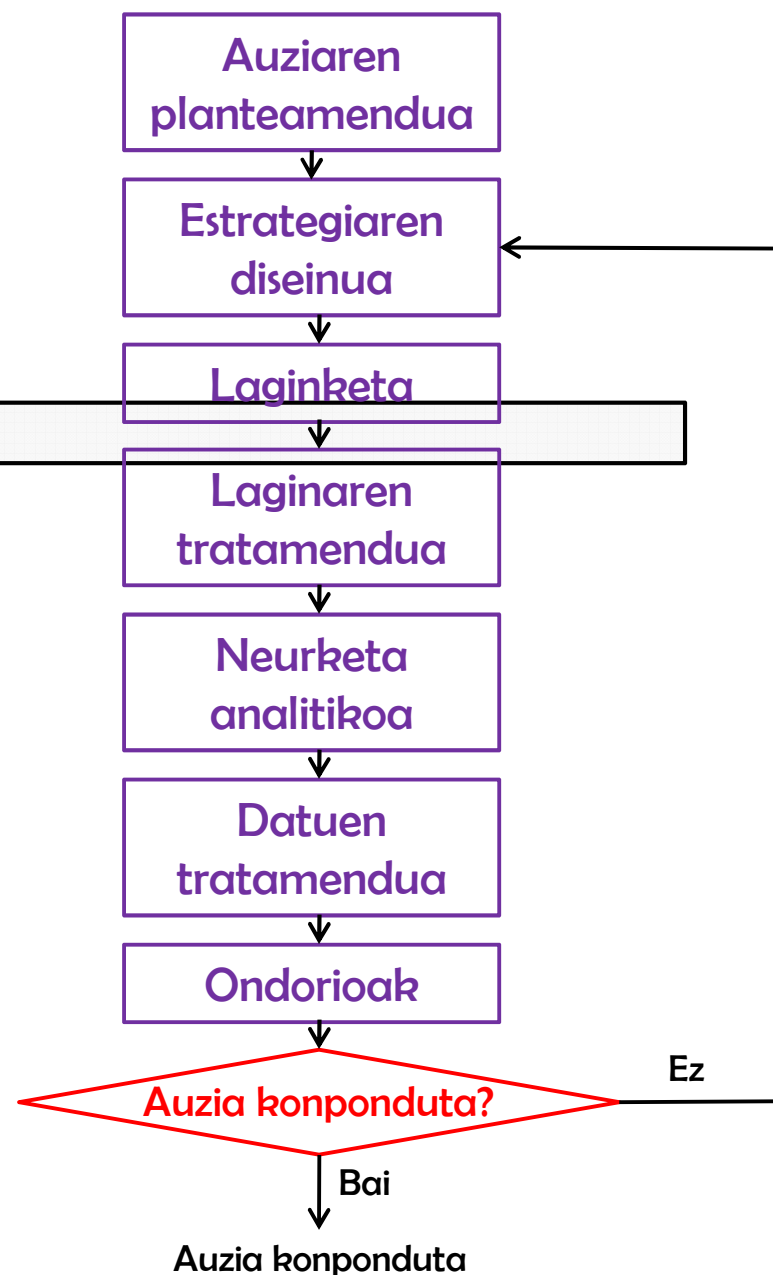
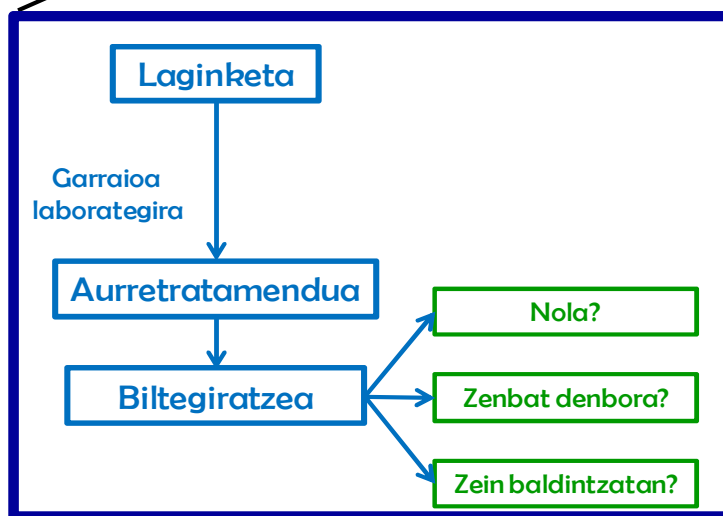
# Egoera fisikoaren aldaketarako prozedurak: **laginaren tratamendua**



# Sarrera

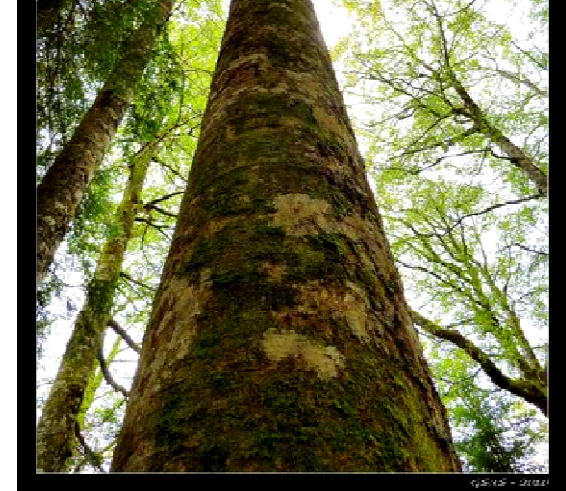
## Laginareen aurretratatamendua:

- Garraio
- Aurretratatamendua
- Biltegitratzea



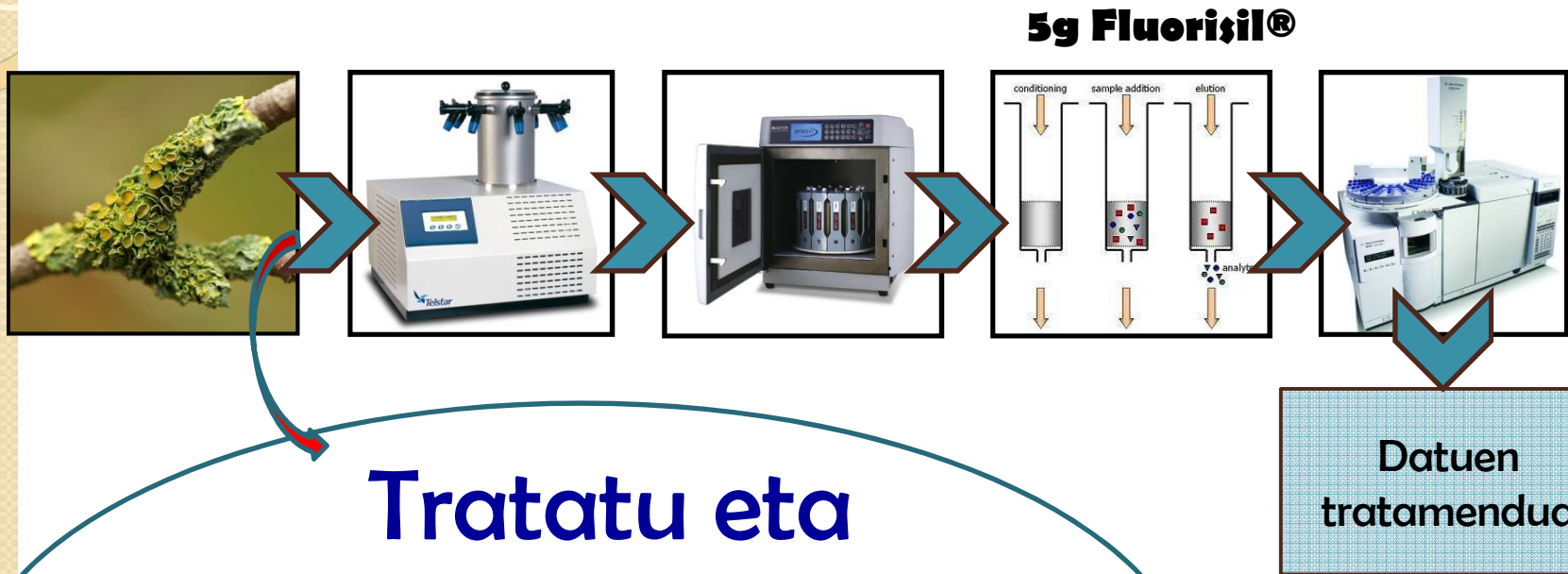


## Adibidea: likenak, garbitu ala ez?: PAHen bidezko kutsadura atmosferikoa Iraiko basoan



## Laginaren aurretratamendua

Adibidea: likenak, garbitu ala ez?: Analisia

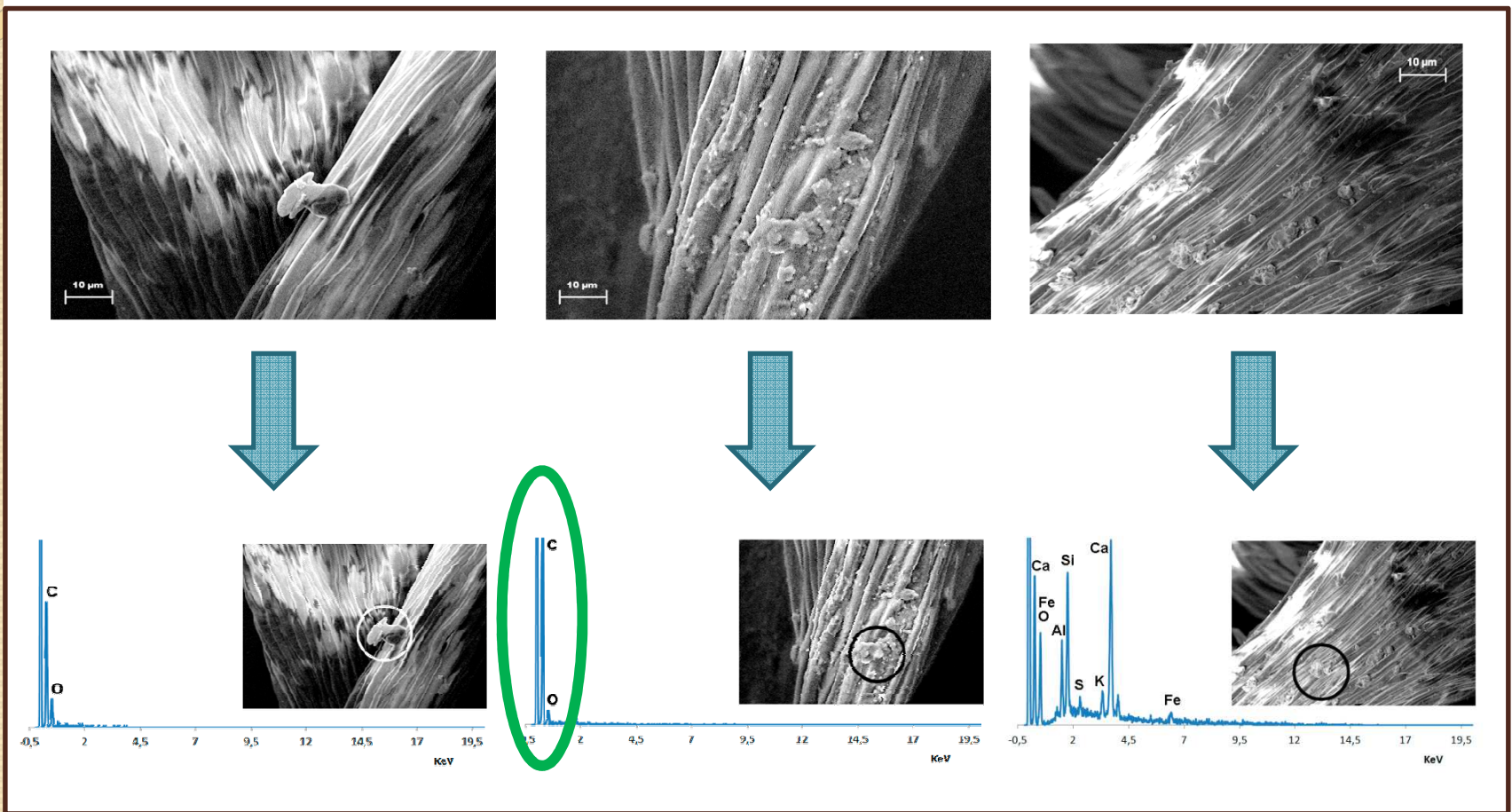


Tratatu eta  
analizatu baino  
lehen, garbitu  
behar al da lagina?



## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: likenak, garbitu ala ez?: Izaera desberdineko partikula solidoen presentzia





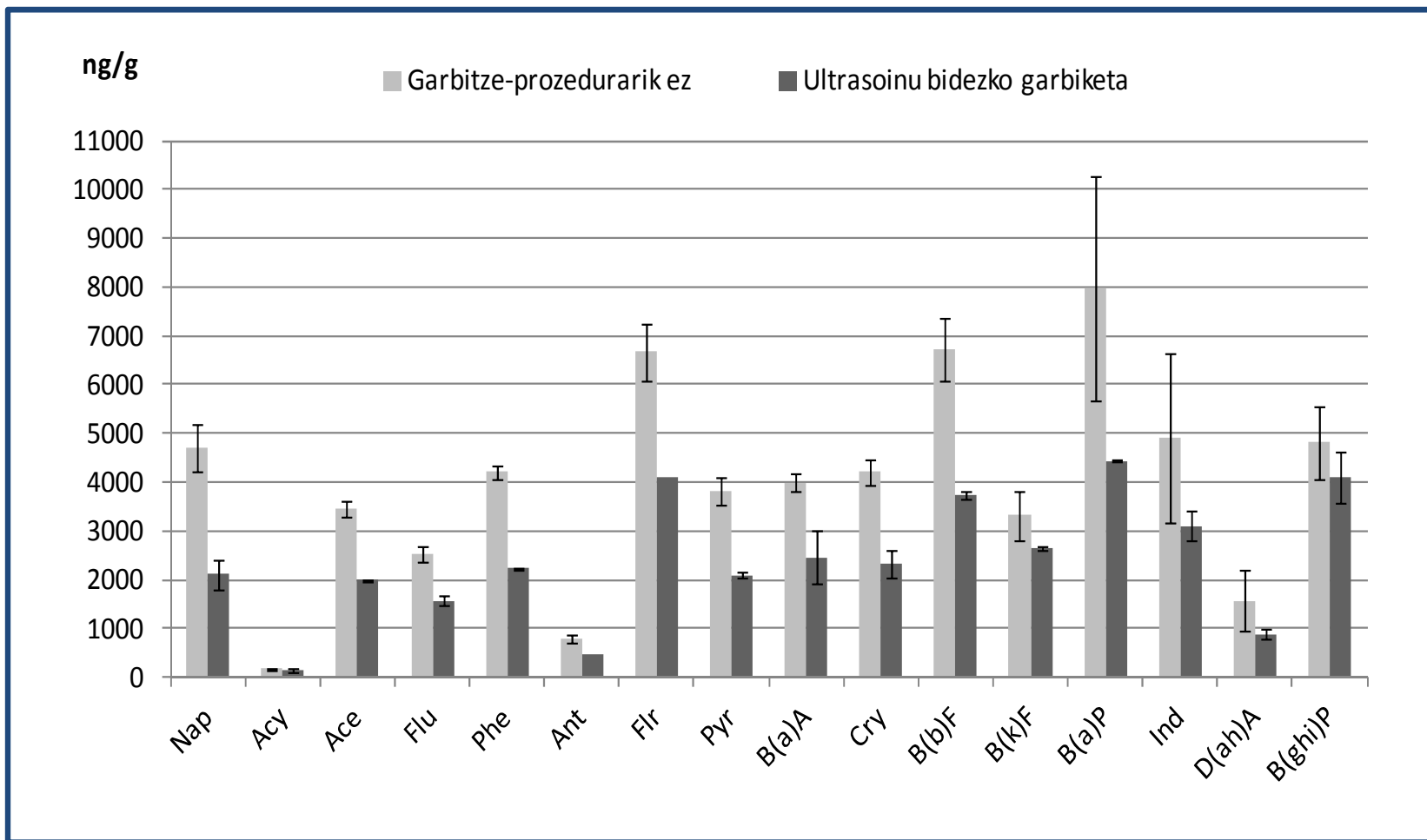
## Laginaren aurretratamendua

**Adibidea: likenak, garbitu ala ez?: Garbiketarako prozedura desberdinak**

Azpilagina	Garbiketa-prozesua	Denbora (min)
1	Garbiketarik ez	-
2	HNO <sub>3</sub> (%10) + irabiatzea	240
3	Milli-Q ura + irabiatzea	240
4	Milli-Q ura + ultrasoinu bainua (UB)	2x (15)
5	HNO <sub>3</sub> (%10) + ultrasoinu bainua (UB)	2x (15)
6	Milli-Q ura + ultrasoinu bainua (UB)	15
7	HNO <sub>3</sub> (%10) + ultrasoinu bainua (UB)	15
8	N <sub>2</sub> korrontea	5

## Laginaren aurretratatamendua

**Adibidea: likenak, garbitu ala ez?: Diferentzia esanguratsuak (garbitu vs. ez garbitu)**



## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: likenak, garbitu ala ez?: eta laginketan euria egiten badu?





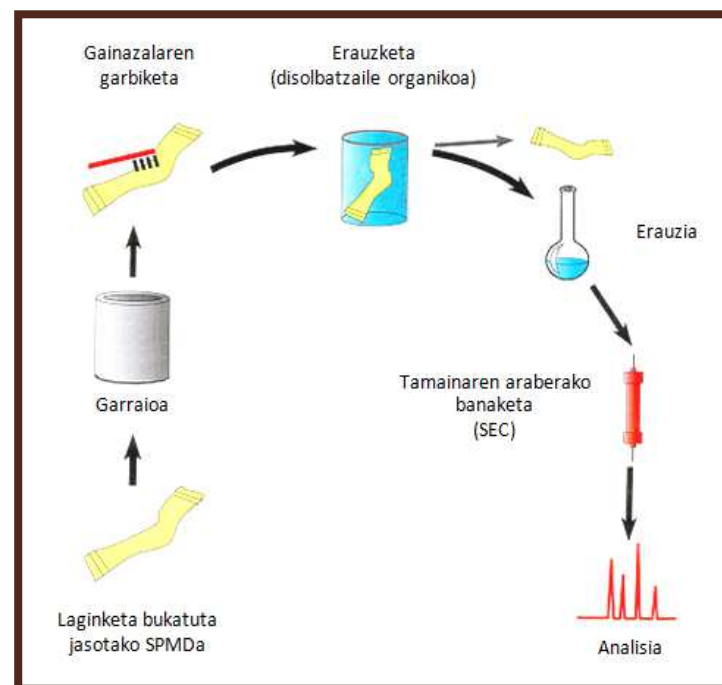
## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: SemiPermeable Membrane Devices: PAH eta PCBen bidezko kutsadura Urdaibain, uraren lagiketa pasiboa SPMD-ak erabiliz



## Laginaren aurretratatamendua

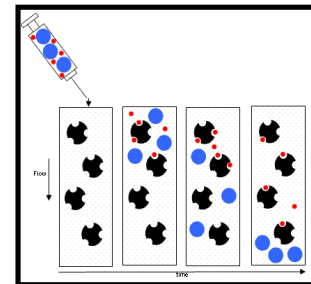
Adibidea: SemiPermeable Membrane Devices: PAH eta PCBen bidezko kutsadura Urdaibain, uraren lagiketa pasiboa SPMD-ak erabiliz



UAE



Preconcentración



SEC



GC-MS



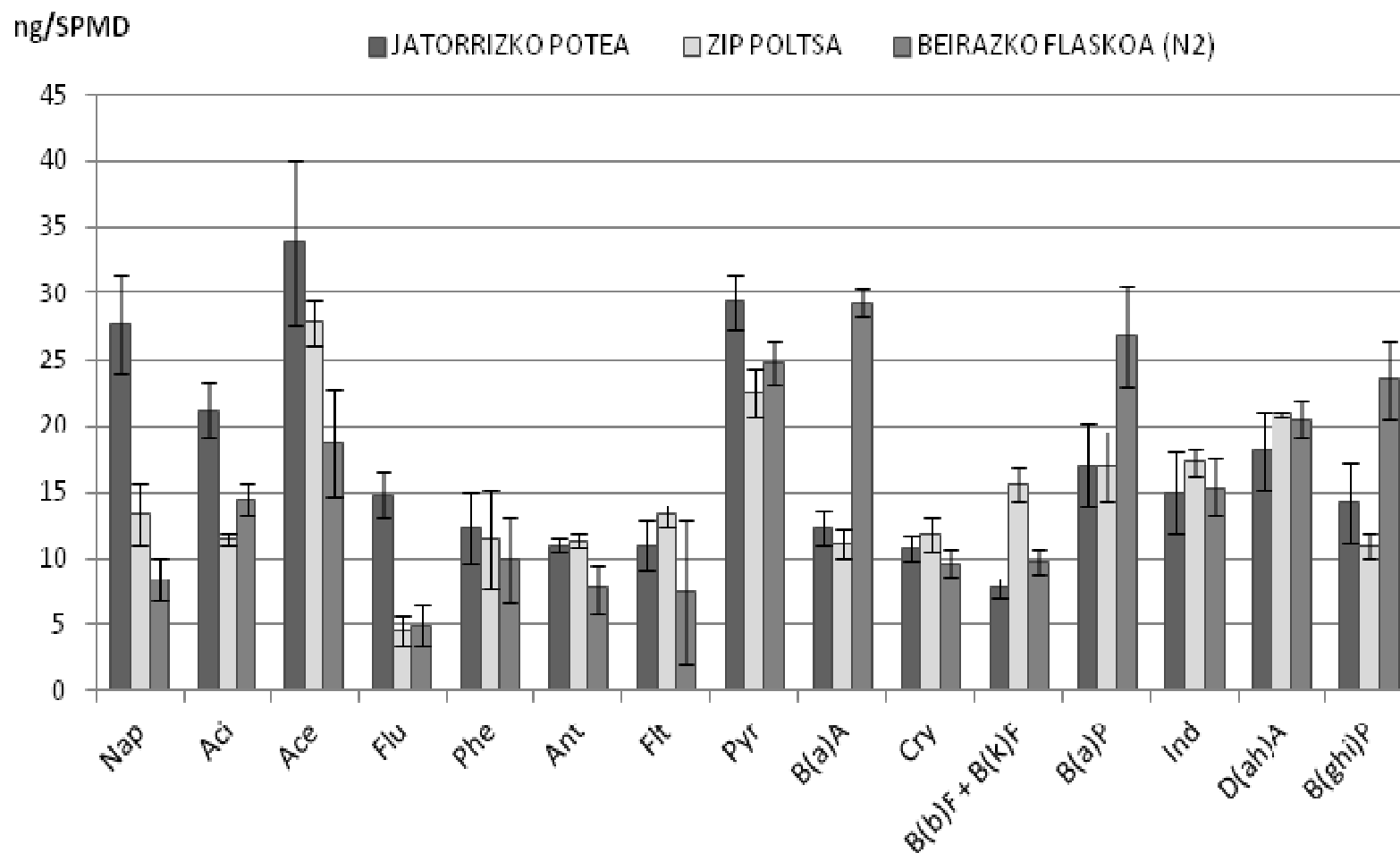
## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: SemiPermeable Membrane Devices: PAH eta PCBen bidezko kutsadura Urdaibain, uraren lagiketa pasiboa SPMD-ak erabiliz



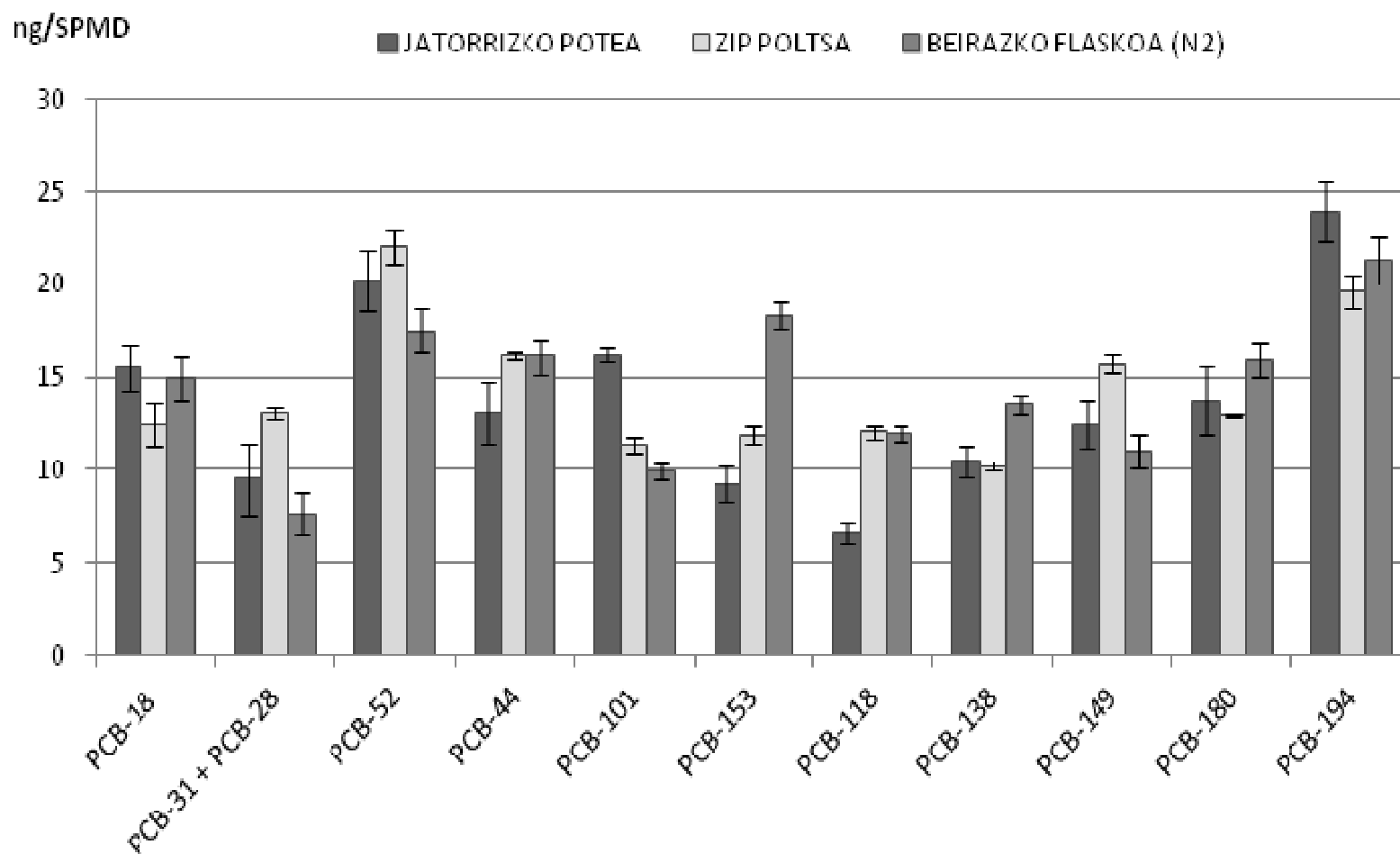
## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: SemiPermeable Membrane Devices: PAH eta PCBen bidezko kutsadura Urdaibain, uraren lagiketa pasiboa SPMD-ak erabiliz



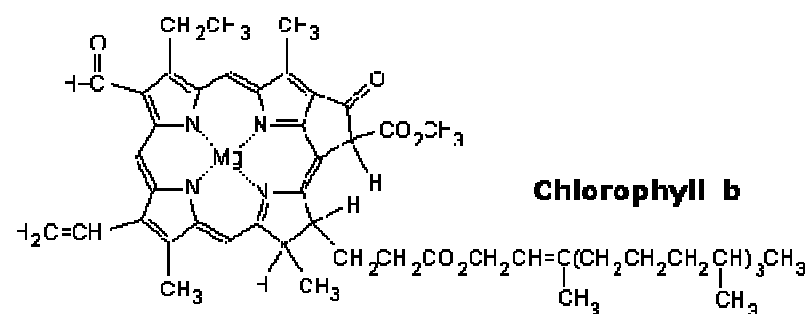
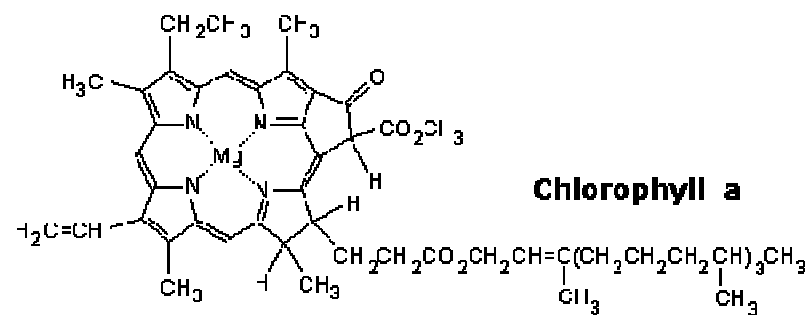
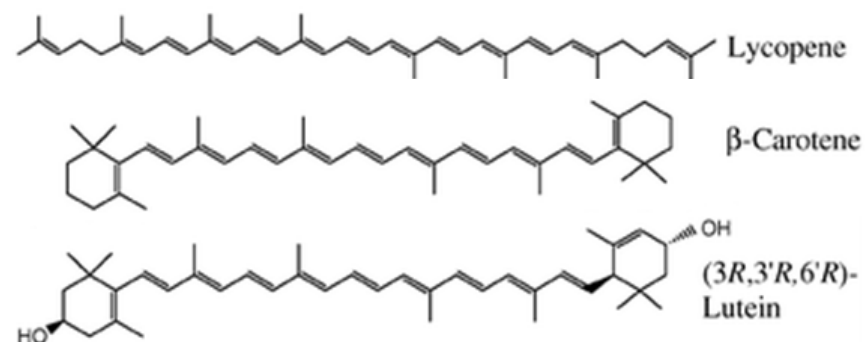
## Laginaren aurretratatamendua

**Adibidea: SemiPermeable Membrane Devices: PAH eta PCBen bidezko kutsadura Urdaibain, uraren lagiketa pasiboa SPMD-ak erabiliz**



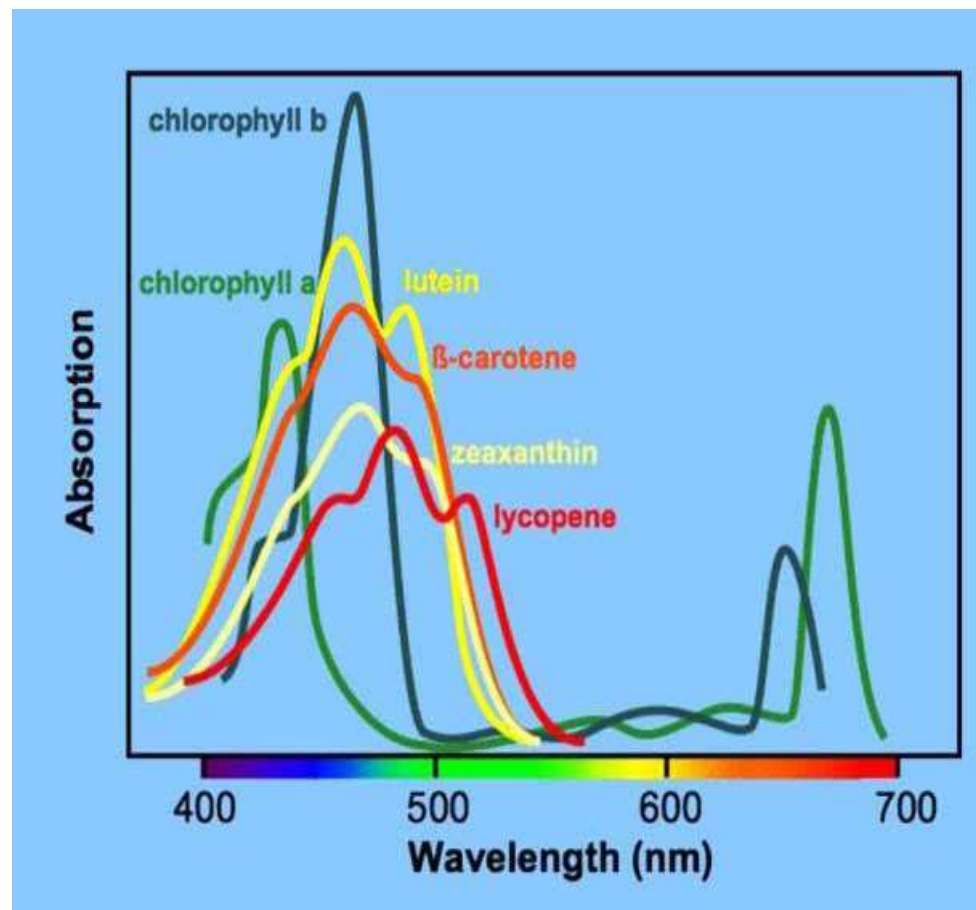


**Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa**



## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa

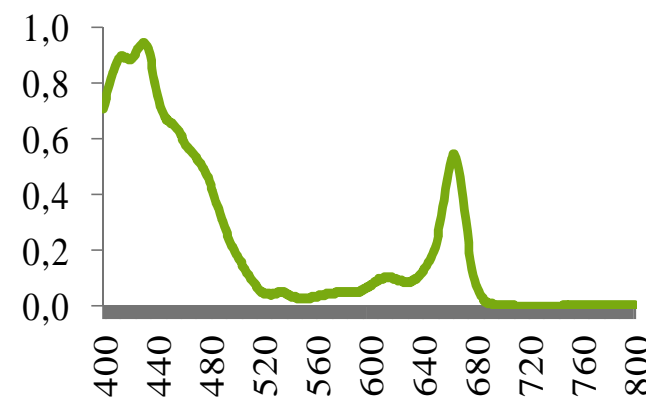
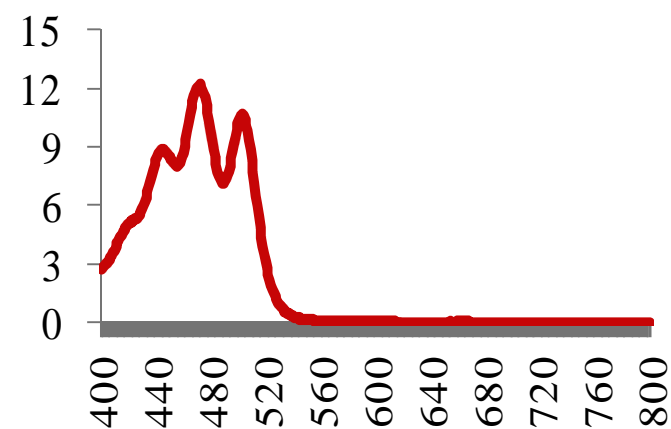


Konposizio kimioaren arabera da xurgapena...



## Laginaren aurretratatamendua

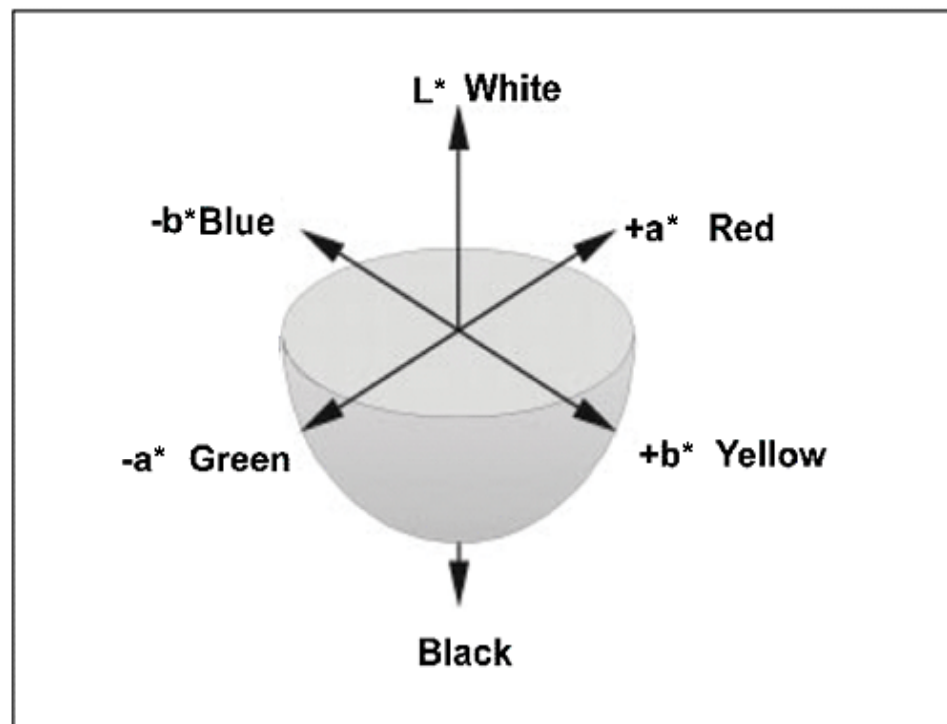
Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa



Konposizio kimioaren arabera da xurgapena...

## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa



...eta kolorea ere





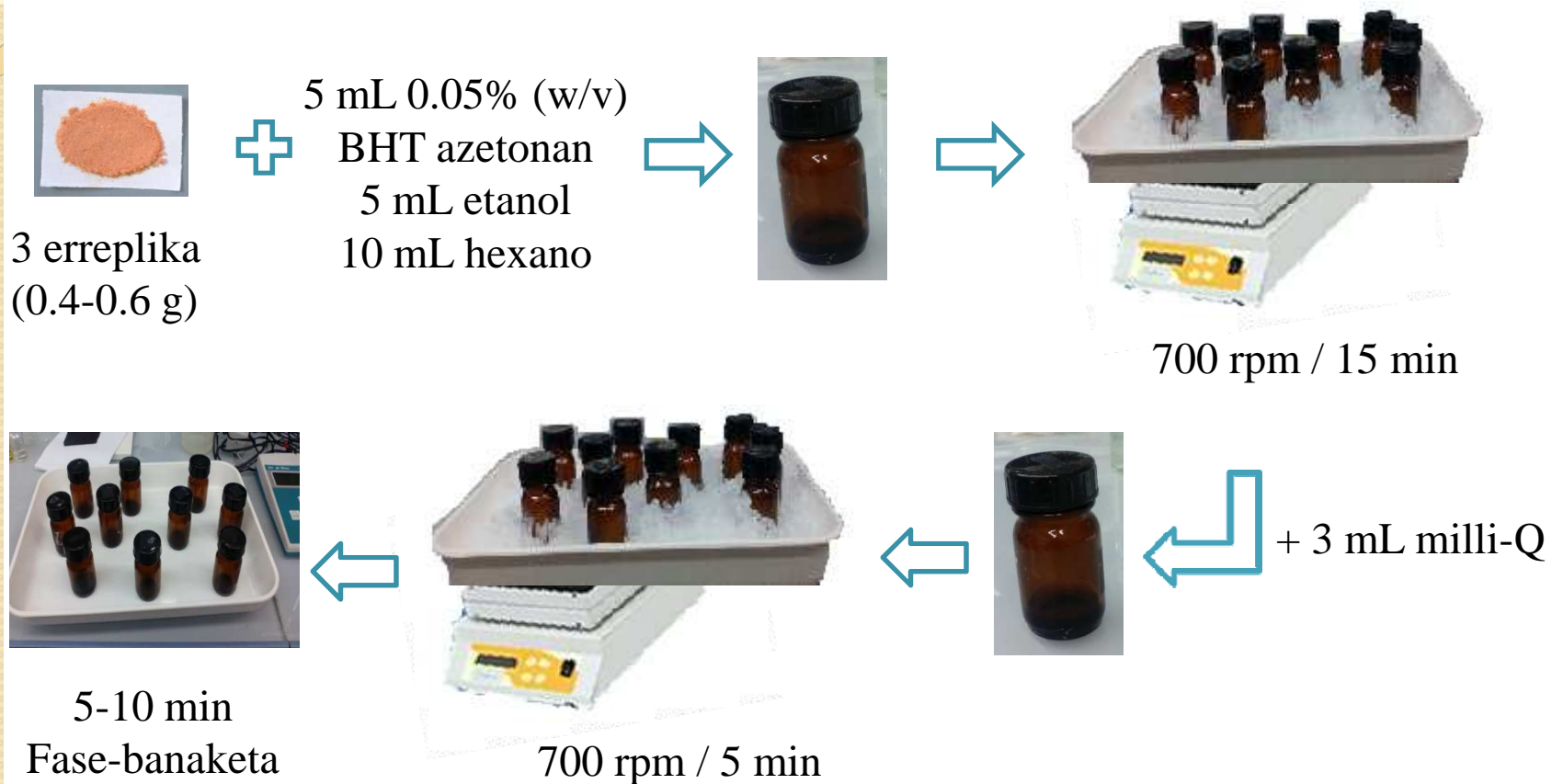
## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa



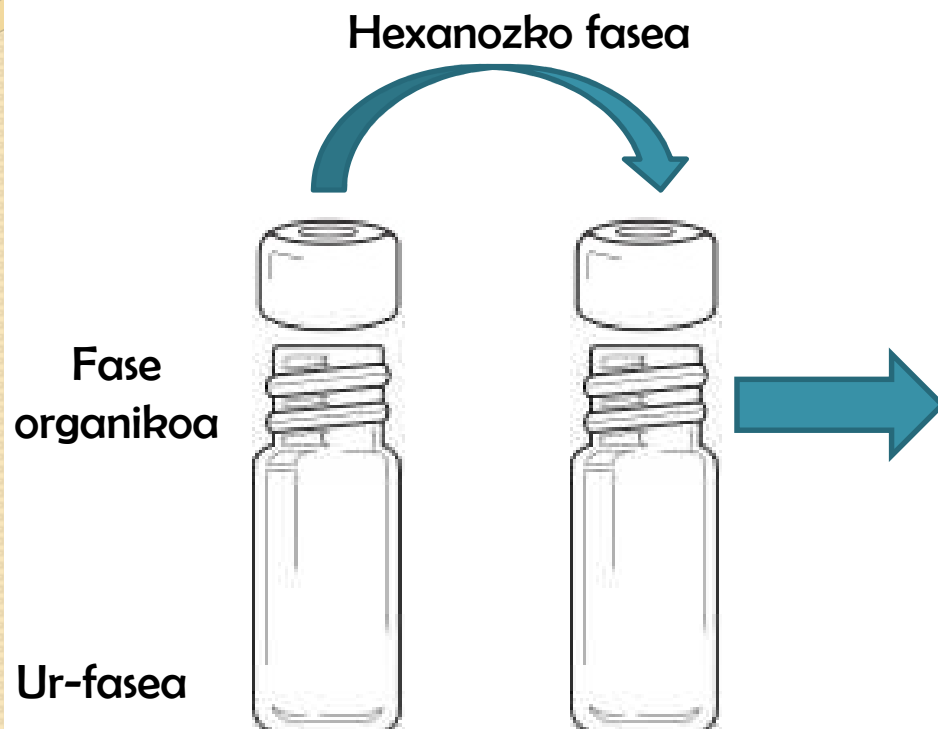
## Laginaren aurretratatamendua

**Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa**



## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa



UM-Ikus  
Neurketa: 400-700 nm  
Zuria: Hexanoa

## Laginaren aurretratatamendua

Adibidea: tomateen heltze-puntua: konposizio kimikoa eta xurgapen-espektroa

