



HİTİT ÜNİVERSİTESİ

Marka Şehir  
Marka Üniversite

*Uygarlığı Aydınlatan Bilgi Güneşi*

# ALETLİ ANALİZ YÖNTEMLERİ

Analiz Çeşitleri ve Temel Kavramlar

Yrd. Doç. Dr. Gökçe MEREY

# Analiz

- **Nitel (Kalitatif) Analiz:**

Bir örnekte hangi bileşen ve/veya bileşenlerin (atom, iyon, molekül) olduğunun tayinine **nitel (kalitatif)** analiz denir.

- **Nicel (Kantitatif) Analiz:**

Bileşenin miktar veya derişiminin tayinine de **nicel (kantitatif)** analiz denir.

# Analiz

- **Klasik (Yaş) Analiz:**

Terazi, etüv, fırın gibi temel laboratuvar cihazları kullanılarak major ve/veya minör düzeydeki bileşenlerin tayin edilmesine denir. 1-5 katyon ve 1-5 anyon analizleri klasik (yaş) nitel analize örnek verilebilirken, gravimetrik ve volumetrik analiz ise klasik (yaş) nicel analizi oluşturur.

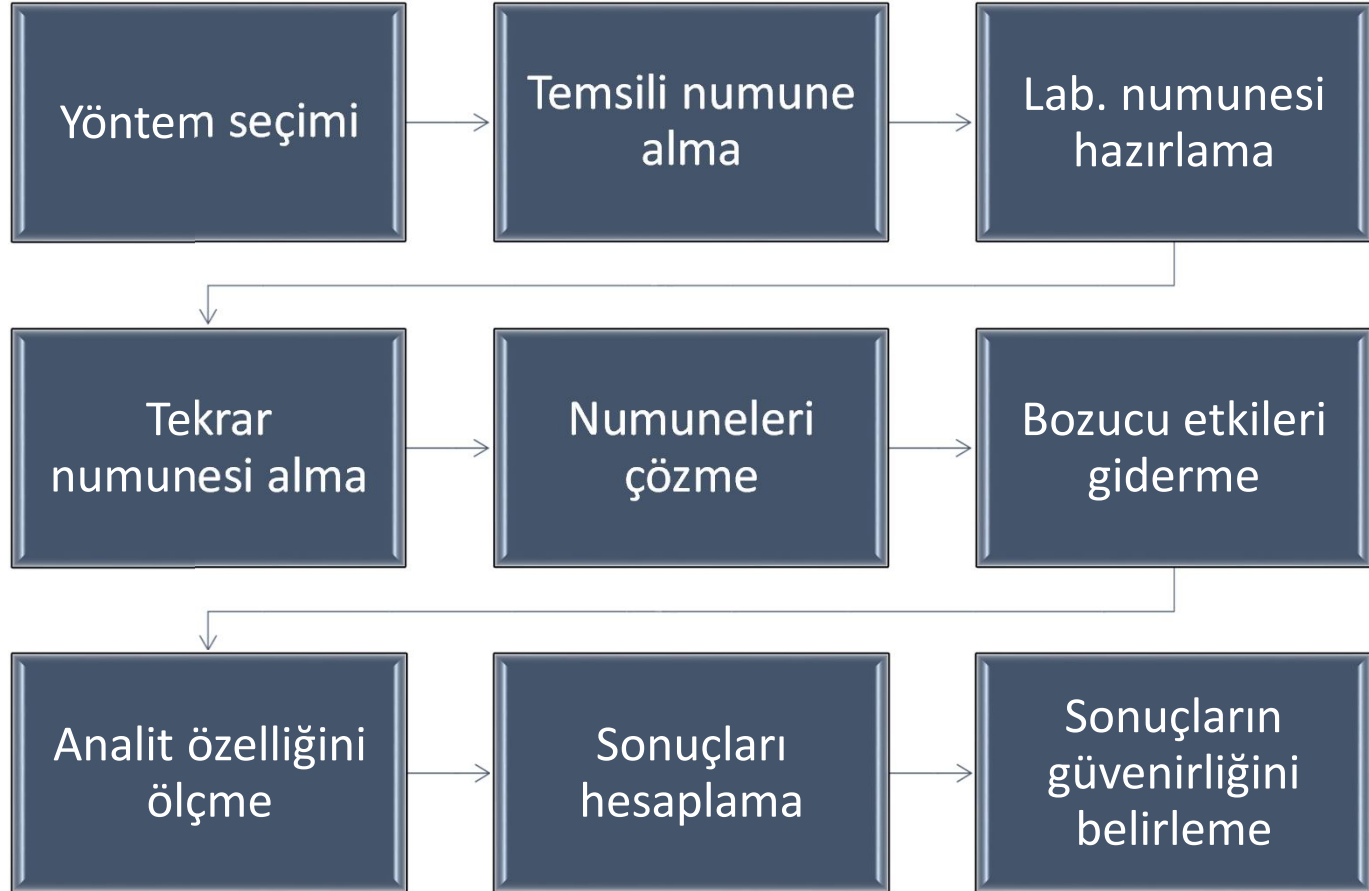
- **Enstrümental Analiz:**

Genel laboratuvar cihazlarının yanı sıra, çeşitli analitik cihazların kullanıldığı yöntemlerdir.

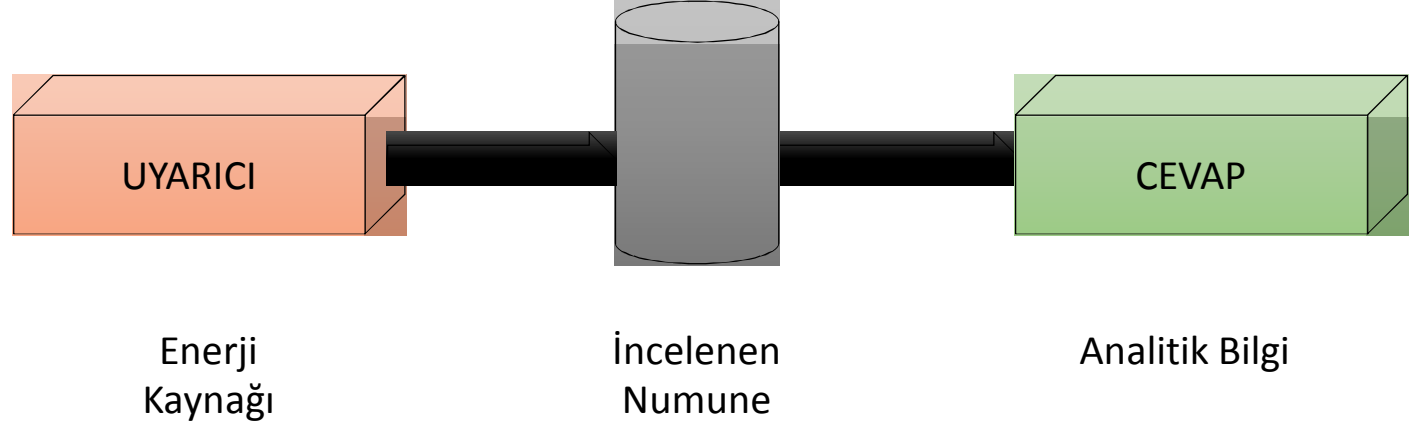
- 1- Spektroskopik Metodlar
- 2- Elektrokimyasal Metodlar
- 3- Kromatografik metodlar
- 4- Termal analiz metodları

<b>Ölçülen Özellik</b>	<b>Aletli Analiz Yöntemi</b>
Işın Absorpsiyonu	Spektrofotometri (X-ışını, UV, GB, IR), NMR, ESR spektroskopisi...
Işın Emisyonu	Emisyon spektroskopisi (X-ışınları, UV, GB, elektron, Auger,) Floresans, Fosforesans ve Lüminesans Spektroskopisi
Işın Saçılması	Türbidimetri, Nefolometri, Raman Spektroskopisi
Işın Kırılması	Refraktometri, interferometri
Işın Difraksiyonu	X-ışınları ve elektron difraksiyon yöntemleri
Işın rotasyonu	Polarimetri, dairesel dikroizm
Elektrik potansiyeli	Potansiyometri, Kronopotansiyometri
Elektrik yükü	Kulometri
Elektrik akımı	Amperometri, Polarografi
Elektriksel direnç	Kondüktometri (İletkenlik Ölçümü)
Kütle	Gravimetri
Kütle/yük	Kütle spektroskopisi
Tepkime Hızı	Kinetik yöntemler
Termal Özellikler	Termal gravimetri, DTA, Termal İletkenlik
Radyoaktivite	Nötron Aktivasyon Analiz, İzotop seyreltme yöntemleri

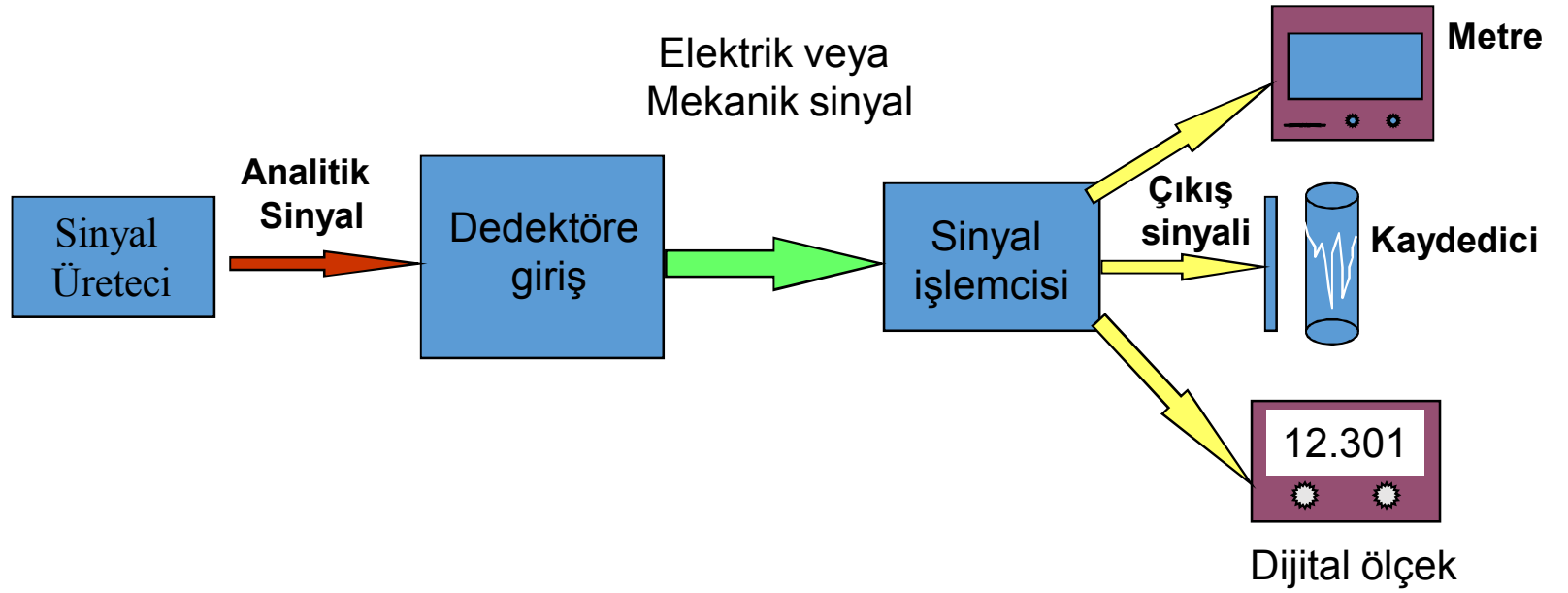
# Analiz Süreci



# Analizde Temel Bileşenler



# Enstrüman



# Analitik Yöntem Seçimi

- Beklenen doğruluk,
- Numune miktarı,
- Numunedeki analit (analizi istenen madde) konsantrasyonu,
- Numunedeki diğer maddelerin cevap durumu,
- Numune ortamının fiziksel ve kimyasal özellikleri,
- Kaç numune analiz edileceği,

Ayrıca **hız, kolaylık, maliyet** de yöntem seçimini etkiler.



# Kesinlik

- Aynı yolla elde edilen deney verilerinin arasındaki uyum derecesine analitik verilerin kesinliği denir.
- Rasgele veya belirsiz hataların bir ölçüsüdür.

## Kesinlik için sayısal ölçütler:

- Mutlak standart sapma,  $s$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

- Varyans,  $s^2$

- Bağıl standart sapma, RSD

$$\text{RSD} = \frac{s}{\bar{x}}$$

- Varyasyon katsayısı, CV

$$\text{CV} = \frac{s}{\bar{x}} \times \% 100$$

**Sapma (Bias)** Bir analitik yöntemdeki sistematik veya belirli hataların ölçüsüdür.

$$\text{Sapma} = \mu - x_t$$

$\mu$ : ölçümlerin ortalaması  
 $x_t$ : gerçek değer

### Sistematik hatalar:

- Cihaz hataları
- Kişisel hatalar
- Yöntem hataları

# Duyarlık

- Bir cihazın veya bir yöntemin duyarlılığı, bir analit derişimindeki küçük farkları ayırt edebilme kabiliyetinin bir ölçüsüdür.
- Duyarlığı iki faktör etkiler:
  - Kalibrasyon eğrisinin eğimi (kesinliği aynı olan iki yöntemden kalibrasyon eğrisi daha dik olan tercih edilir).
  - Ölçüm aracının kesinliği veya tekrarlanabilirliği

# Gözlenebilme Sınırı

- Belirli bir güven seviyesinde tayin edilebilen en küçük analit derişimi veya kütlesi

## Çalışma Aralığı

- Kalibrasyon eğrisinin doğrusallıktan sapma gösterdiği derişime kadar olan aralıktır.

# Validasyon (Yöntemin Geçerliliği)

- Metodun veya ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır.
- Bir metodun performansını belirlemek için yapılan bir takım değişkenlere göre test ve ölçme işlemleridir. Çeşitli alanlarda pek çok karar, yapılan ölçümlerin sonucuna dayanılarak verilir. Doğru karar verebilmek için analitik ölçüm sonucunun doğru ve güvenilir (tekrarlanabilir) olması gerekir.

# Validasyon

Bir metotla yapılan ölçümün sonuçları

- Laboratuvar koşulları,
- Cihaz,
- Kullanılan kimyasallar,
- Deney yapanın deneyimi

gibi faktörlere bağlıdır.

Bu nedenle metodun ölçüm sonucuna etki eden parametreleri tek tek ölçerek ölçüm sonucuna etkileri belirlenmeli ve ölçülmelidir.

# Validasyon

- Standart bir metot bir laboratuvarda ilk defa uygulanacağı zaman,
- Bir analiz için yeni metot geliştirildiği zaman,
- Kullanılan metotta değişiklik yapıldığında,
- Geçerliliği belirlenmiş bir metot başka bir laboratuvarda kullanılacağı zaman
- Farklı bir kişi veya farklı bir cihazla kullanılacağı zaman,
- İki metodu karşılaştırmak için,
- Kalite kontrol testleri sonunda metodun performansında zamanla bir değişme olduğu anlaşıldığında  
**metot geçerliliği (validasyonu) yapılır.**

# Validasyon

- Uluslar arası kabul edilen çeşitli geçerlilik (validasyon) kriterleri mevcuttur. **ISO/IEC, ICH, US EPA, US FDA, USP, cGMP** gibi kurumlar tarafından belirlenmiş kriterler kullanılmaktadır.

## Seçicilik

- Bir yöntemin seçiciliği, numunedeki diğer maddelerden etkilenmeden sadece ilgilenilen maddeyi ölçebilme özelliğidir.



# Kesinlik (Tekrarlanabilirlik)

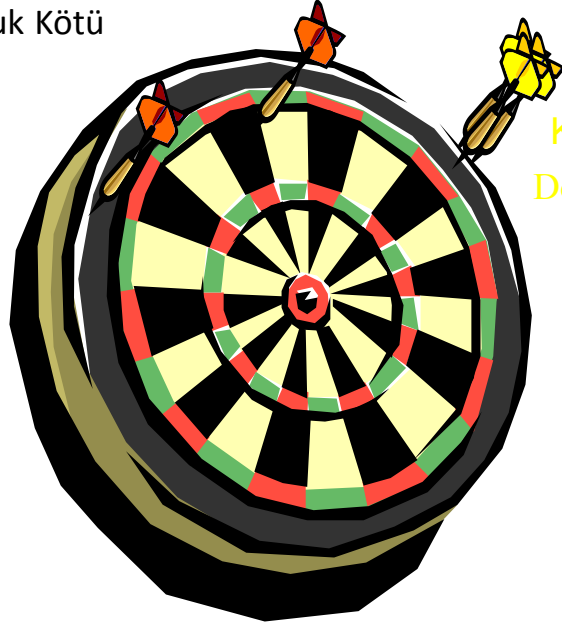
Ölçüm sonuçlarının birbirlerine yakınlığını (tekrarlanabilirliği) gösterir. Standart sapma, varyans veya varyasyon katsayısı ile verilir.

Aynı laboratuvar, aynı arařtırmacı, aynı cihaz ile 5-6 paralel tayin 3 farklı matriksde, 2-3 farklı derişimle yapılır.

# Doğruluk

- Ölçülen değerin doğru ya da doğru kabul edilen değere yakınlığını gösterir, mutlak hata ya da bağıl hata terimleri ile açıklanır.
- Doğruluk bağıl bir terimdir. Yöntemin doğruluk derecesi bilim adamlarının ihtiyaçlarına ve analitik problemin zorluğuna bağlıdır.
- Uluslararası bağımsız laboratuvarlar tarafından tayin edilmiş değerleri doğru değer olarak kabul edilen Standart Referans Maddelerin tayininden elde edilen sonuç ile aynı maddenin

Kesinlik Kötü  
Doğruluk Kötü

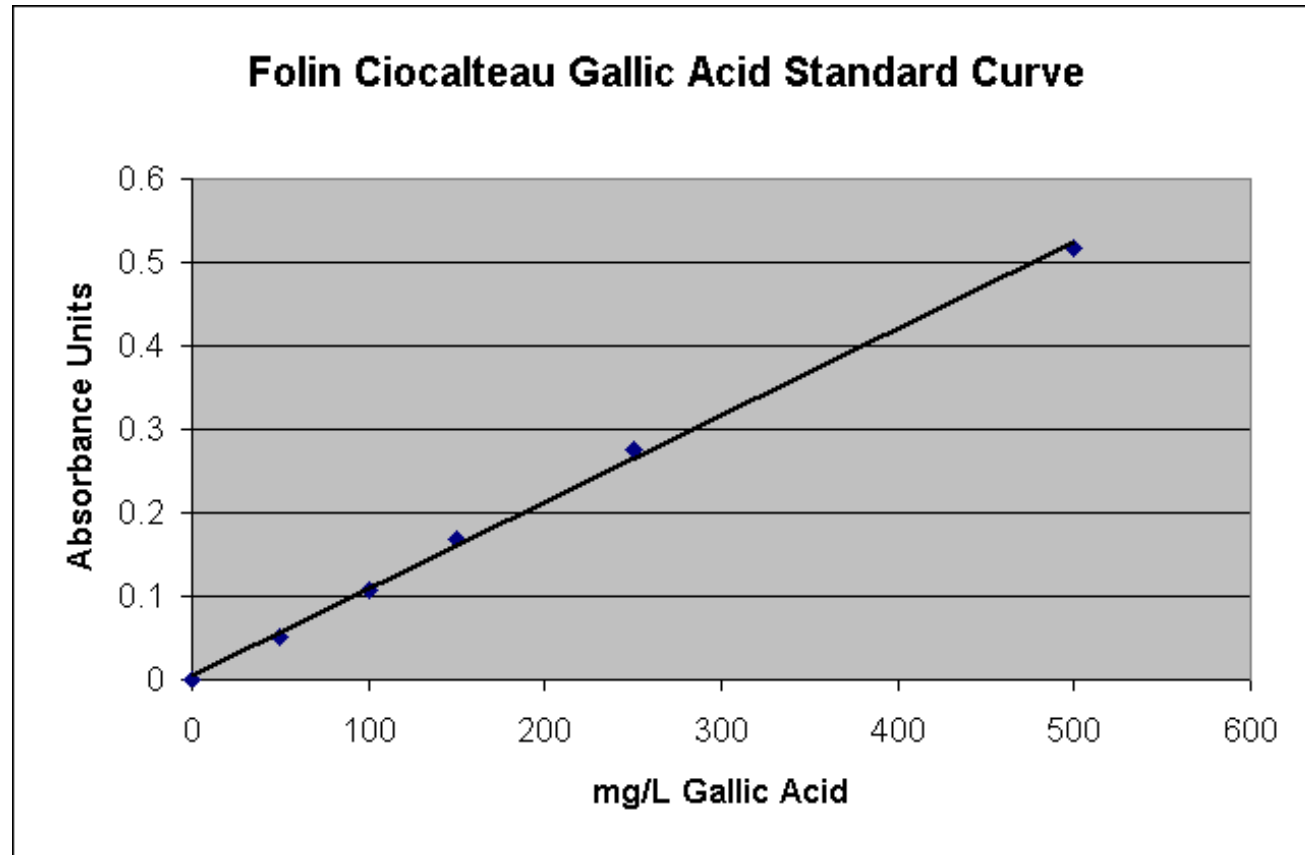


Kesinlik iyi  
Doğruluk kötü



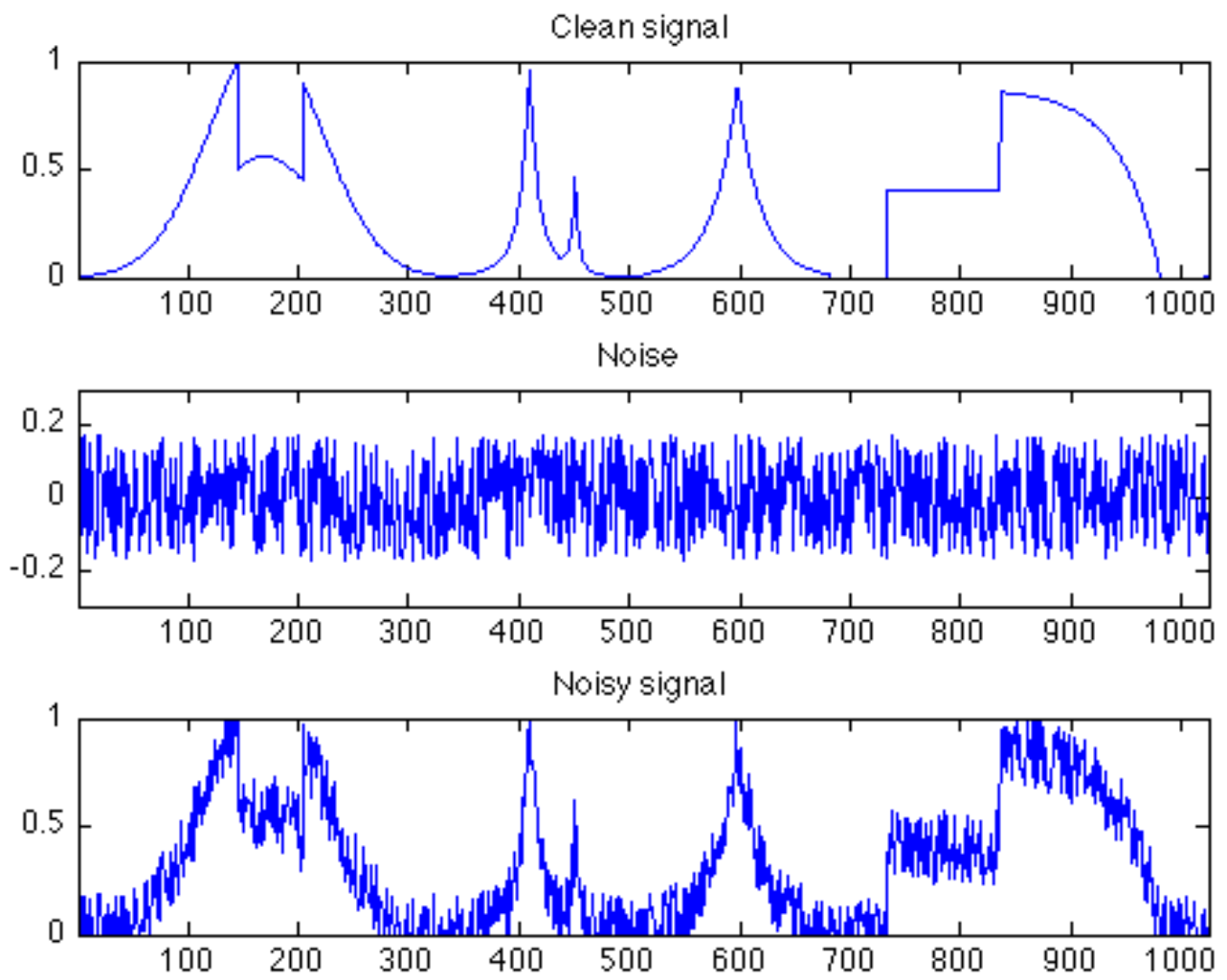
Doğruluk iyi  
Kesinlik İyi

# Standart Eğri Oluşturma



# Sinyal ve Gürültü

- Sinyal/Gürültü oranı:  
Gürültünün etkisi ölçülen miktar azaldıkça büyür.
- Gürültü Kaynakları
  - ✓ Kimyasal gürültü
  - ✓ Aletsel gürültü
  - ✓ Kesikli gürültü
  - ✓ Titreşme gürültüsü
  - ✓ Çevresel gürültü



# Gürültü Nasıl Azaltılır?

- Donanımla
  - Topraklama ve Perdeleme
  - Fark ve Cihaz Yükselticiler
  - Analog Filtreleme
  - Modülasyon
  - Sinyal kesme; Kesici Yükselticiler
  - Lock-in Amplifikatör
- Yazılımla
  - Toplu ortalama
  - Boxcar ortalama
  - Dijital filtreleme