



1-10 NOKTA KALİBRASYON GRAFIĐI İLE NUMUNENİZİN ÖLÇÜMÜ

Doç. Dr. Şebnem BUDAK

KALİBRASYON

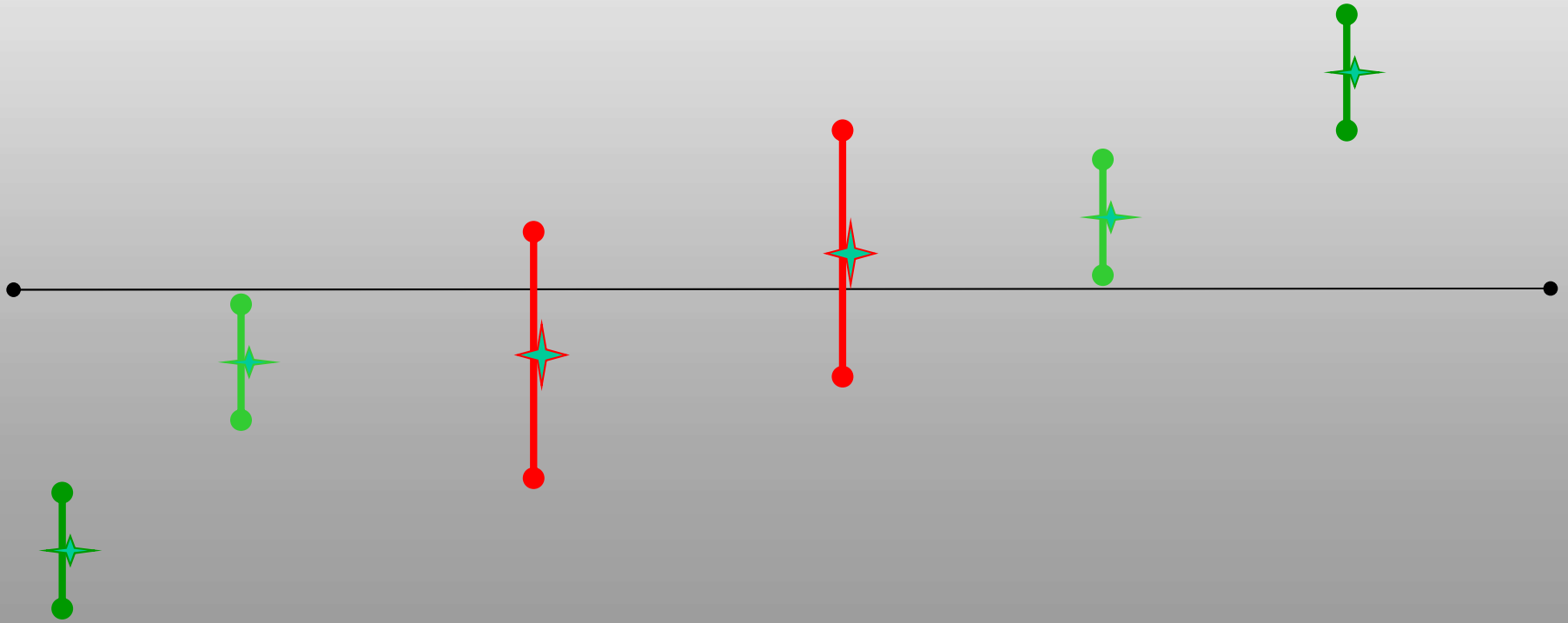
Bütün analitik sonuçlar, analitin bir fiziksel özelliğinin son ölçümüne (X) bağlıdır. Bu özellik, analitin konsantrasyonu (C) ile bilinen ve tekrarlanabilir bir şekilde değişmelidir. İdeal olarak, fiziksel özelliğın ölçüm değeri konsantrasyonla doğru orantılıdır. Yani,

$$C=k.X\text{dir.}$$

Burada k orantı sabitidir. C değeri bilinen kimyasal standartlarla k' nın ampirik olarak tayinini gerektirir. Bu nedenle k' nın tayin işlemi birçok analizde en önemli basamak olup, **kalibrasyon** olarak ifade edilir.

HANGİ DURUMLARDA KULLANILIR?

Gravimetri ve kulometri hariç tüm analitik metotlar için kalibrasyon gereklidir.



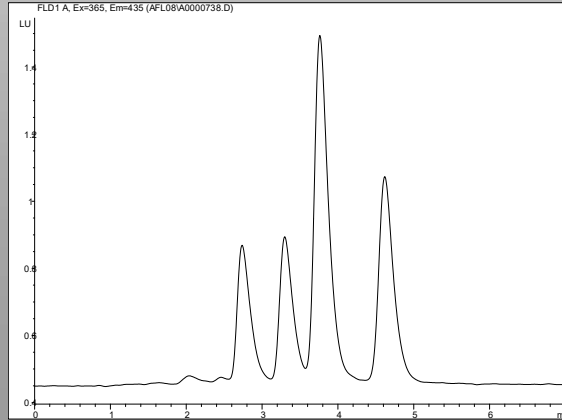
NUMUNEDEKİ ANALİT MİKTARININ BELİRLENMESİ



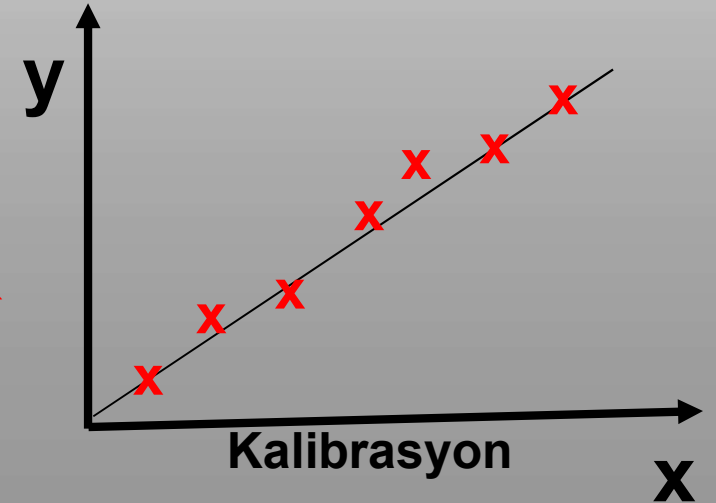
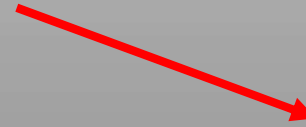
Numune hazırlama



Kromatografik Analiz



Kromatogram



Kalibrasyon

NUMUNEDKİ ANALİT MİKTARININ BELİRLENMESİ

EN ÇOK KULLANILAN ÜÇ YÖNTEM;

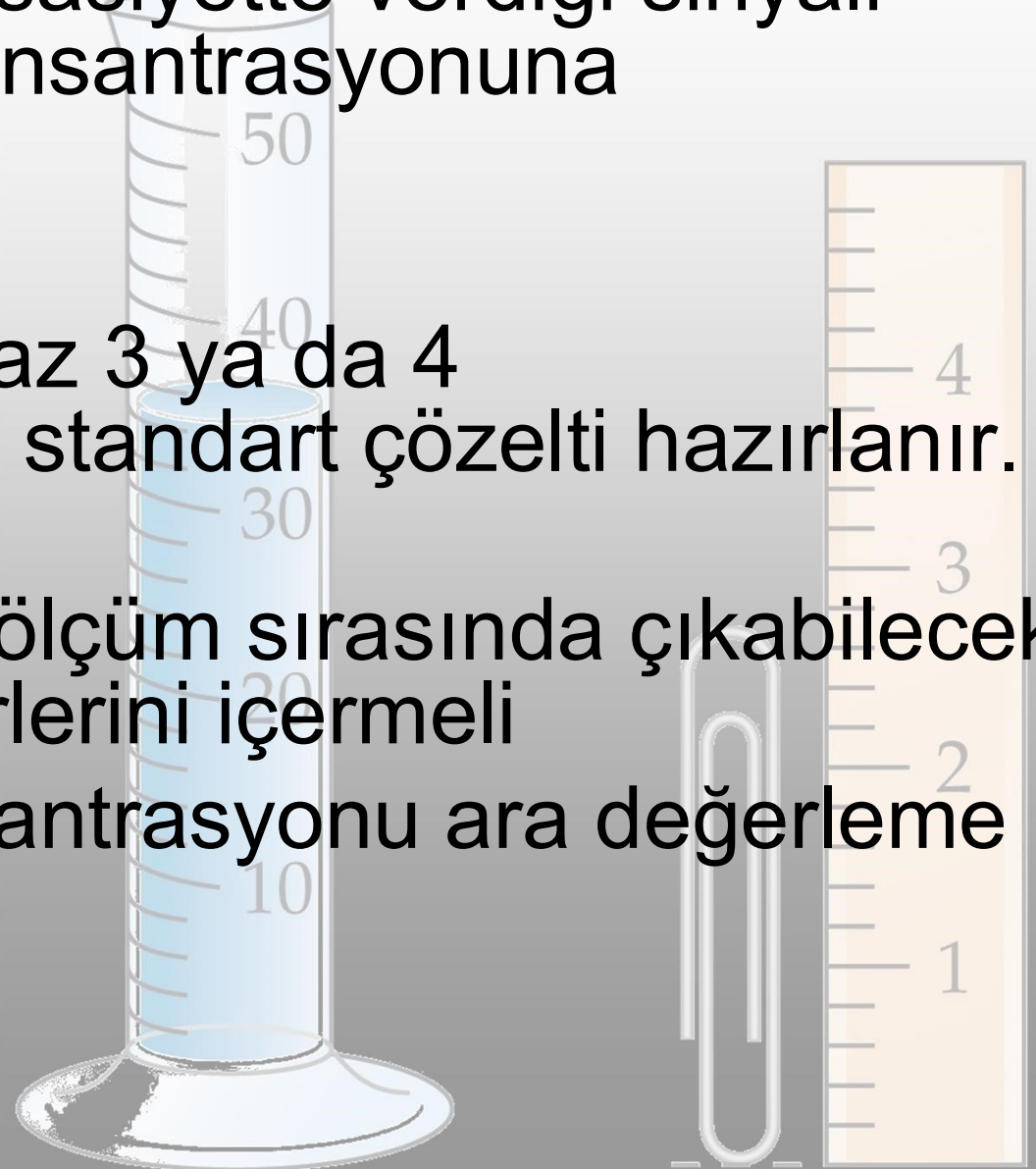
- ❖ KALİBRASYON GRAFIĞI YÖNTEMİ
- ❖ STANDART EKLEME YÖNTEMİ
- ❖ İÇ STANDART EKLEME YÖNTEMİ

KALİBRASYON GRAFİĞİ YÖNTEMİ

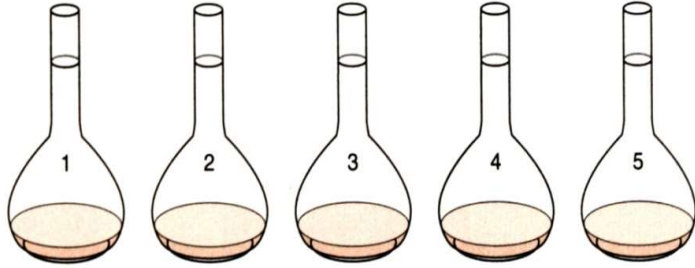
Cihazın belli bir hassasiyette verdiği sinyali analiz edilen madde konsantrasyonuna dönüştürme işlemidir.

Kalibrasyon için en az 3 ya da 4 konsantrasyonu bilinen standart çözelti hazırlanır.

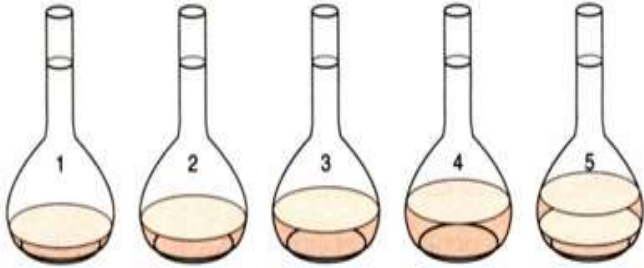
- Konsantrasyonlar ölçüm sırasında çıkabilecek konsantrasyon değerlerini içermeli
- Numunelerin konsantrasyonu ara değerlendirme ile hesaplanabilmeli



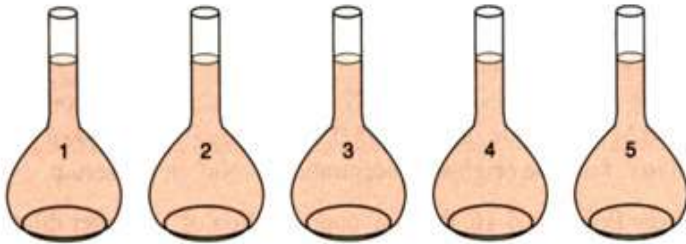
STANDART EKLEME YÖNTEMİ



Eşit hacimde numune alınır.



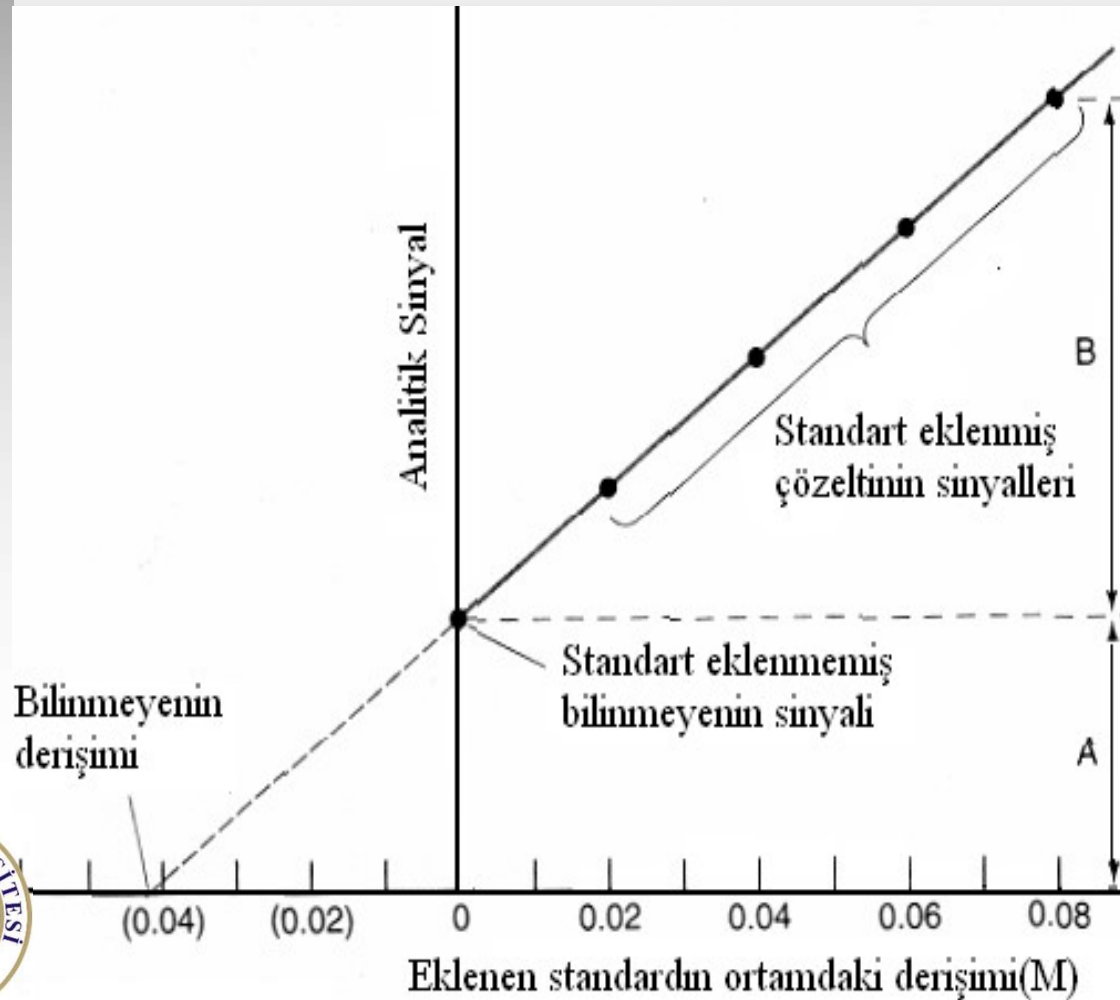
Üzerlerine artan derişimlerde standart çözelti ilave edilir.



Eşit hacimlere tamamlanır.

STANDART EKLEME YÖNTEMİ

Doğrunun X ekseninin kesim noktasından numunedeki analit derişimi bulunur veya hesaplanır.



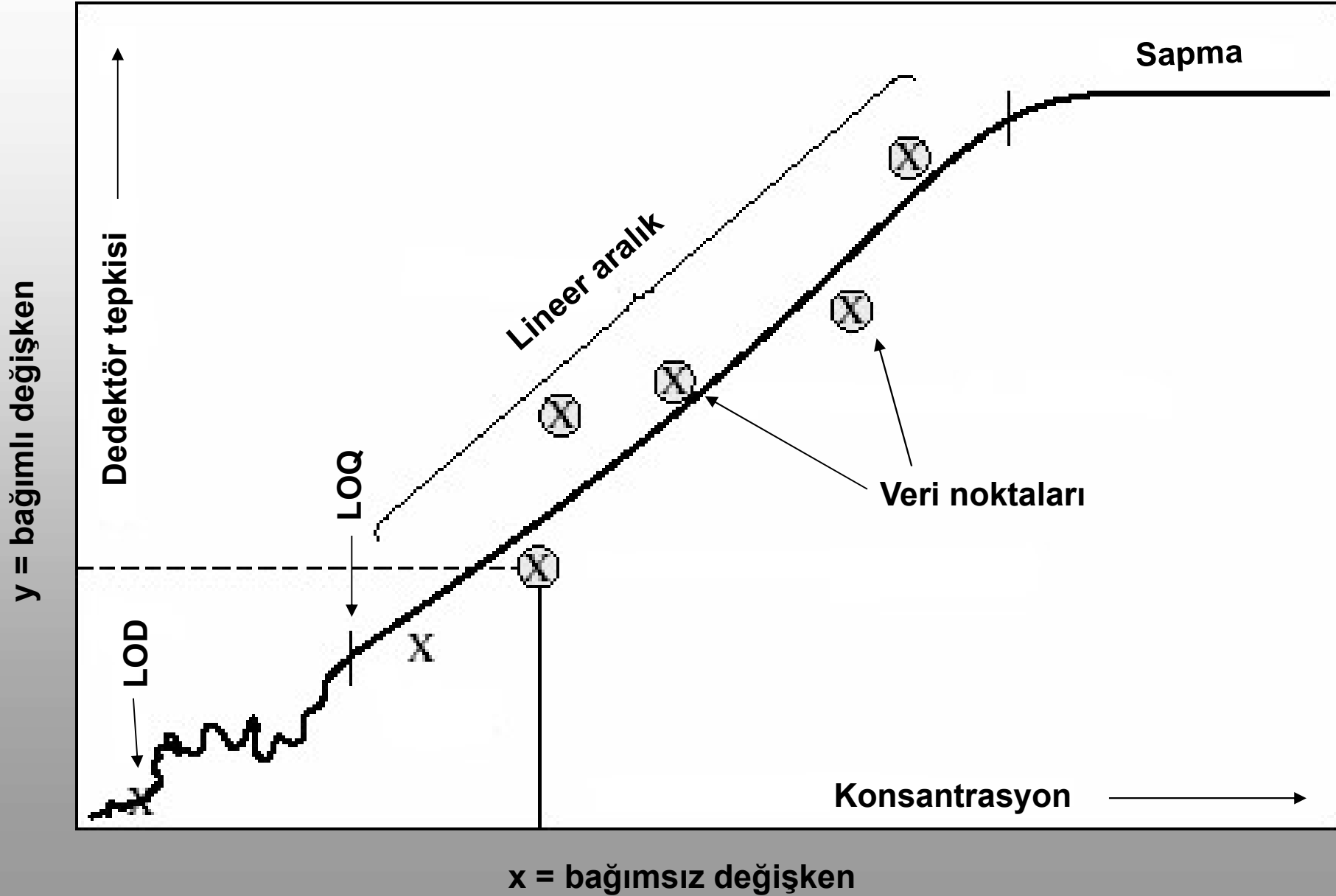
Ortam etkisinin olduğu karmaşık numunelerin analizinde kullanılır.

İÇ STANDART EKLEME YÖNTEMİ

İç standart, bir analizde belirli miktarda numuneye, tanık çözeltisine ve kalibrasyon standartlarına eklenen maddedir.

- İç standart uygun seçilmişse hem sistematik hem de rastgele hatalar giderilebilir.
- İç standart olarak genelde çok az rastlanan ve numunede bulunmadığı bilinen maddeler seçilir.
- Analit ile aynı yerde sinyal vermemelidir.
- Ancak kimyasal özellikleri ile analite benzemelidir.

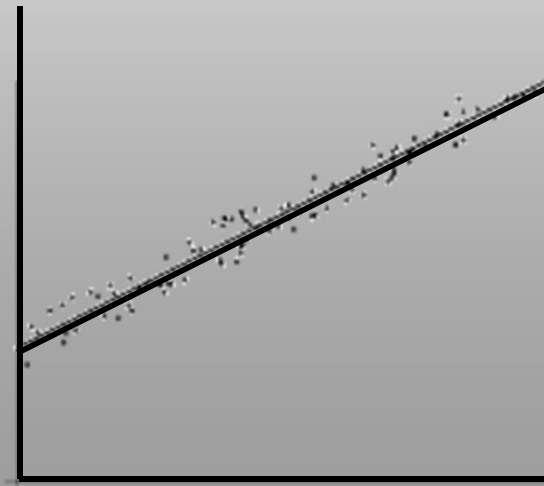
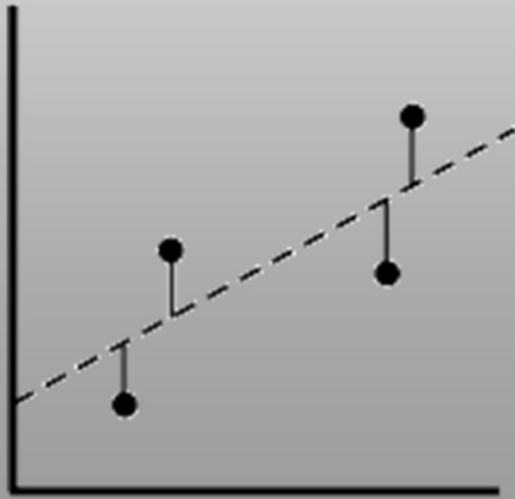
KALİBRASYON GRAFİĞİ



KORELASYON KATSAYISI (R^2)

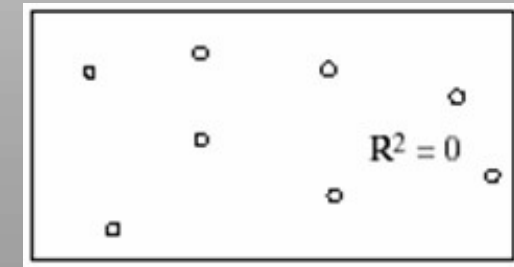
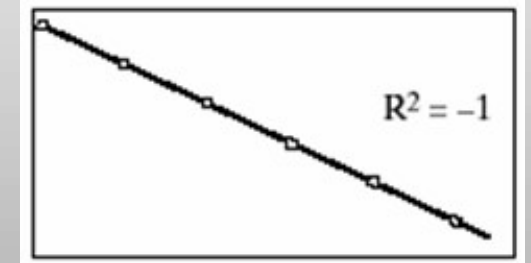
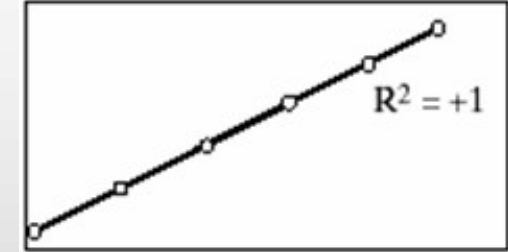
Korelasyon katsayısı (R^2), bağımsız değişkenler arasındaki ilişkinin yönü ve büyüklüğünü belirten katsayıdır.

Değişkenin bağımsızlık durumundan ne kadar uzaklaştığını gösterir.

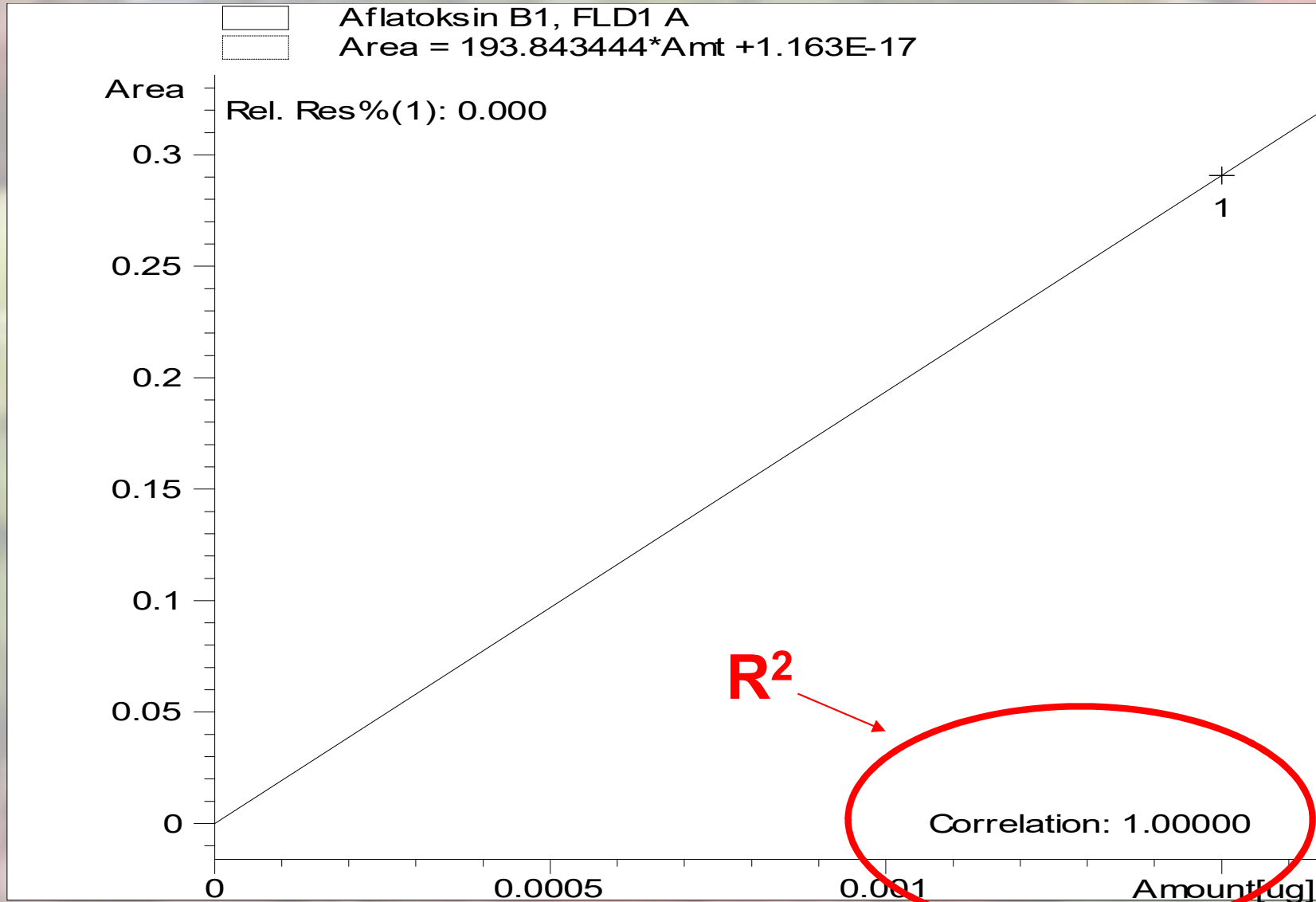


KORELASYON KATSAYISI (R^2)

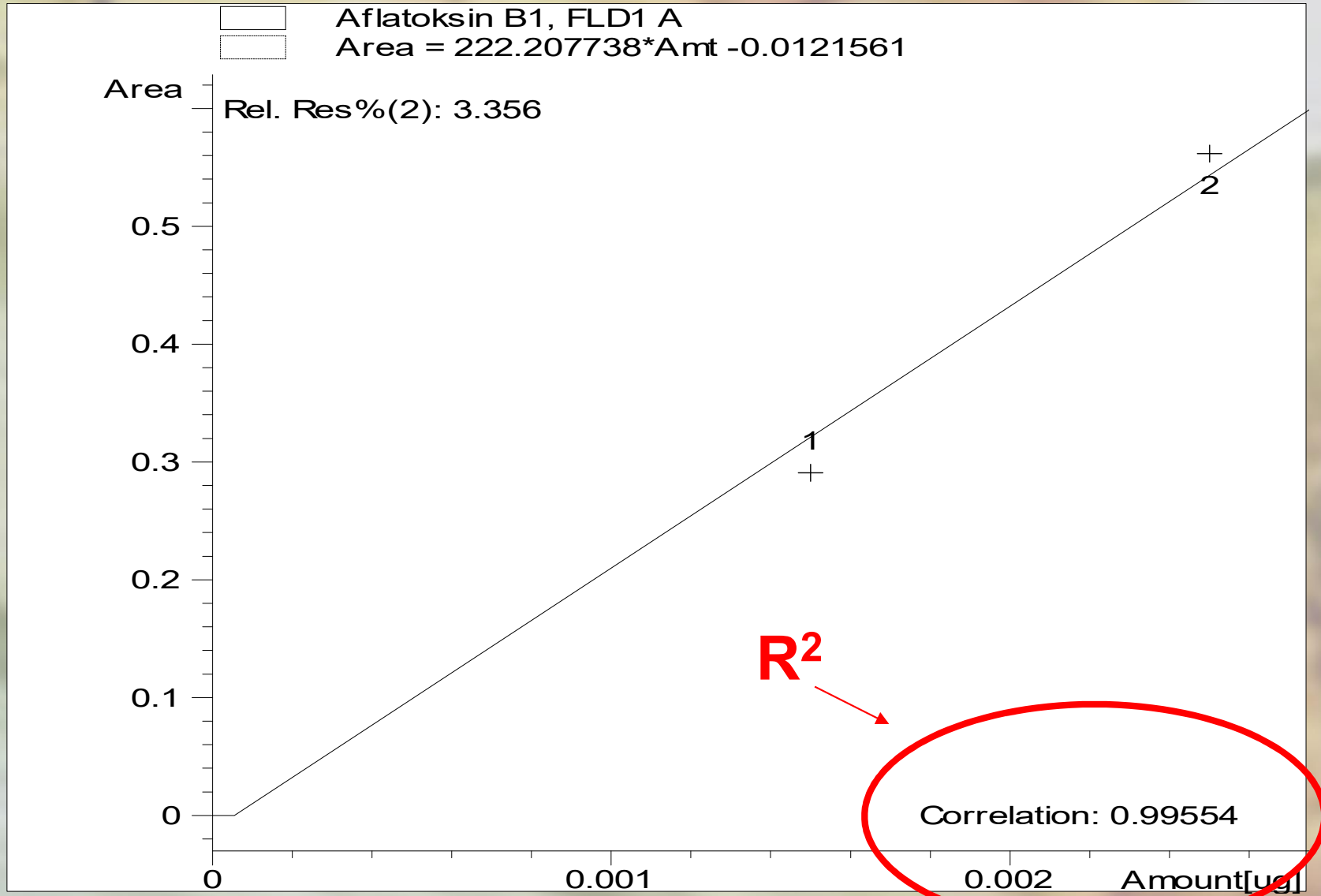
- Korelasyon katsayı, (-1) ile (+1) arasında bir değer alır.
- Pozitif değerler doğrusal yönlü ilişkiyi; negatif değerler ise ters yönlü bir ilişkiyi belirtir.
- Korelasyon katsayısı 0 ise söz konusu değişkenler arasında doğrusal bir ilişki yoktur.



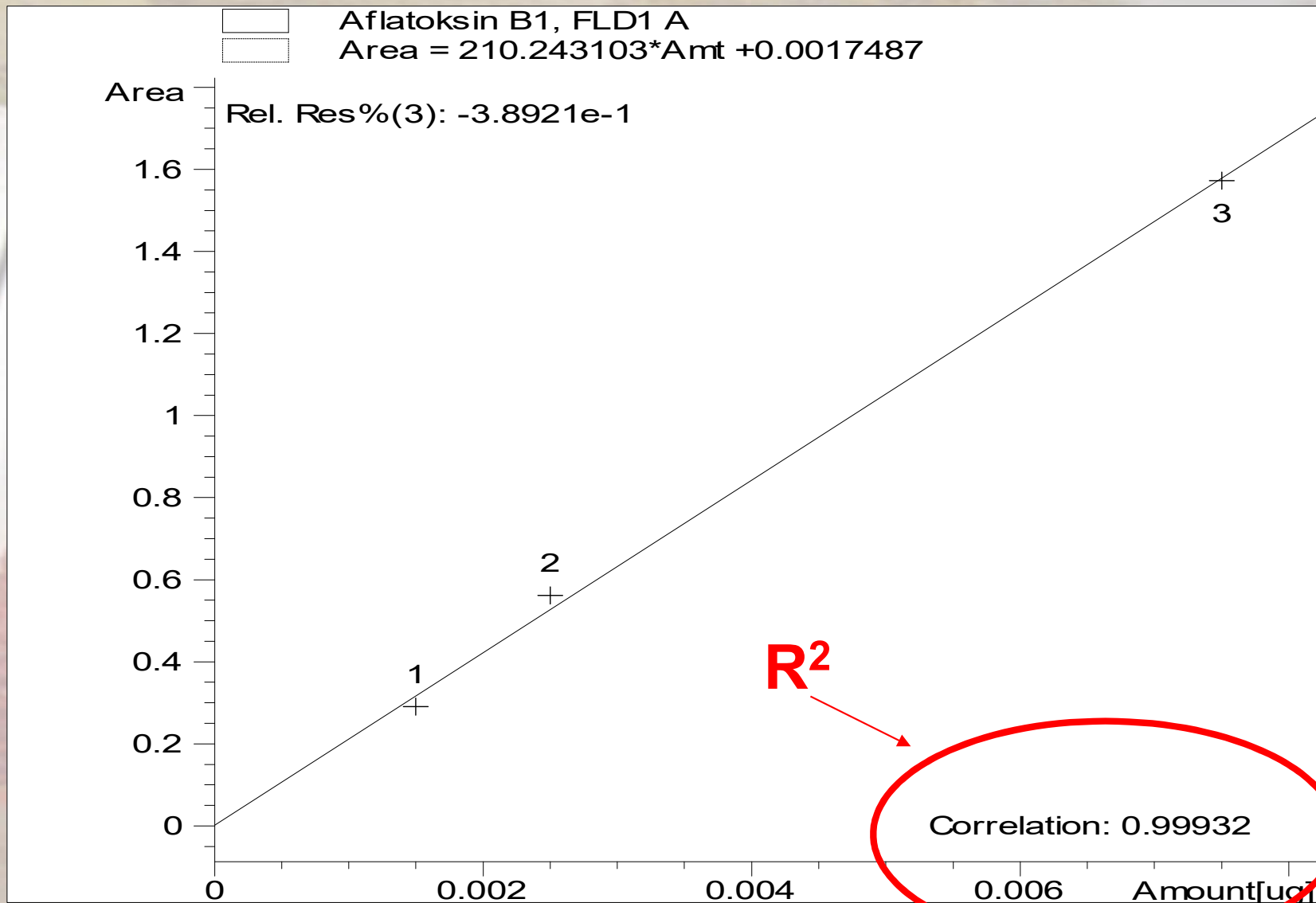
1 NOKTALI KALİBRASYON



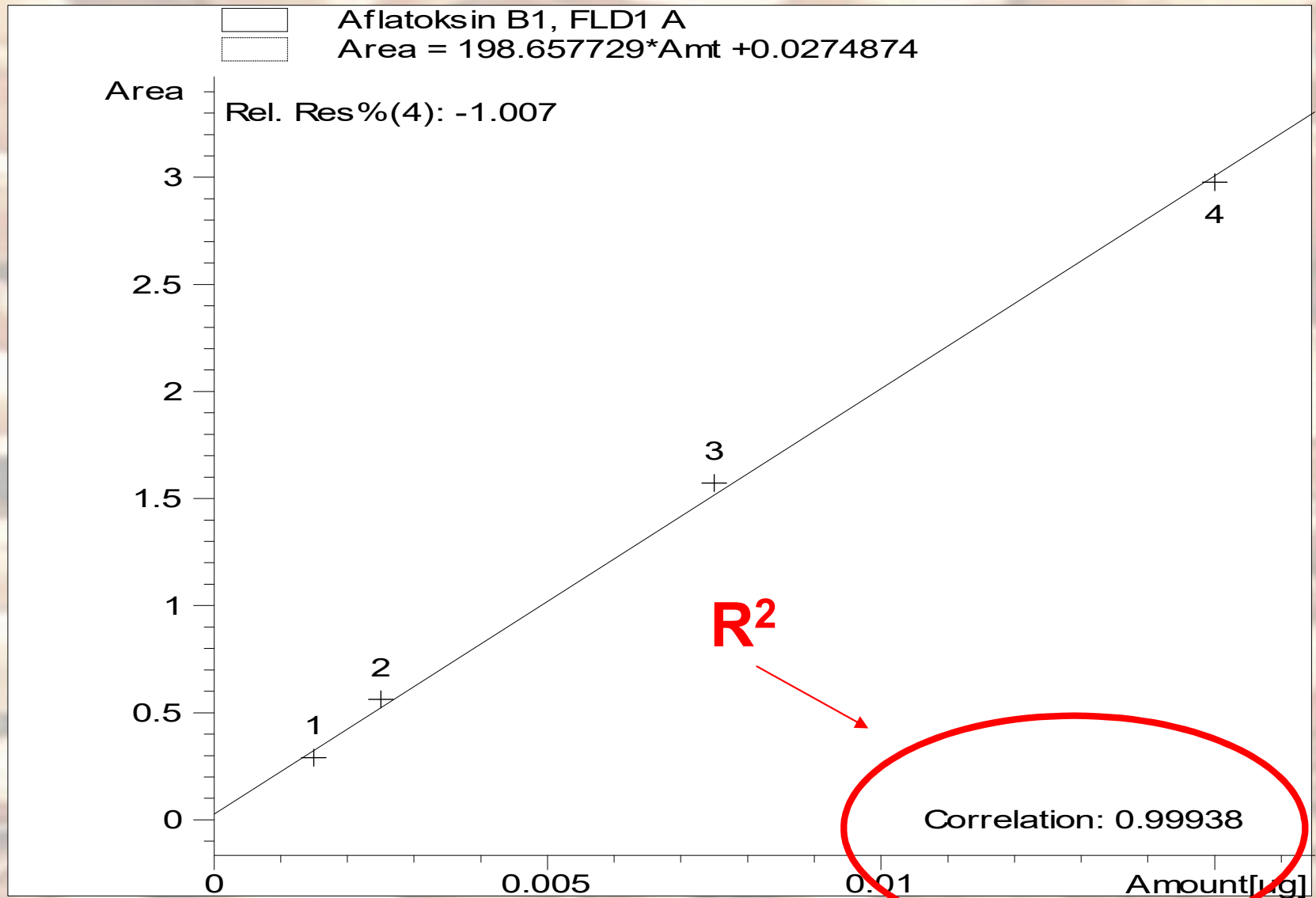
2 NOKTALI KALİBRASYON



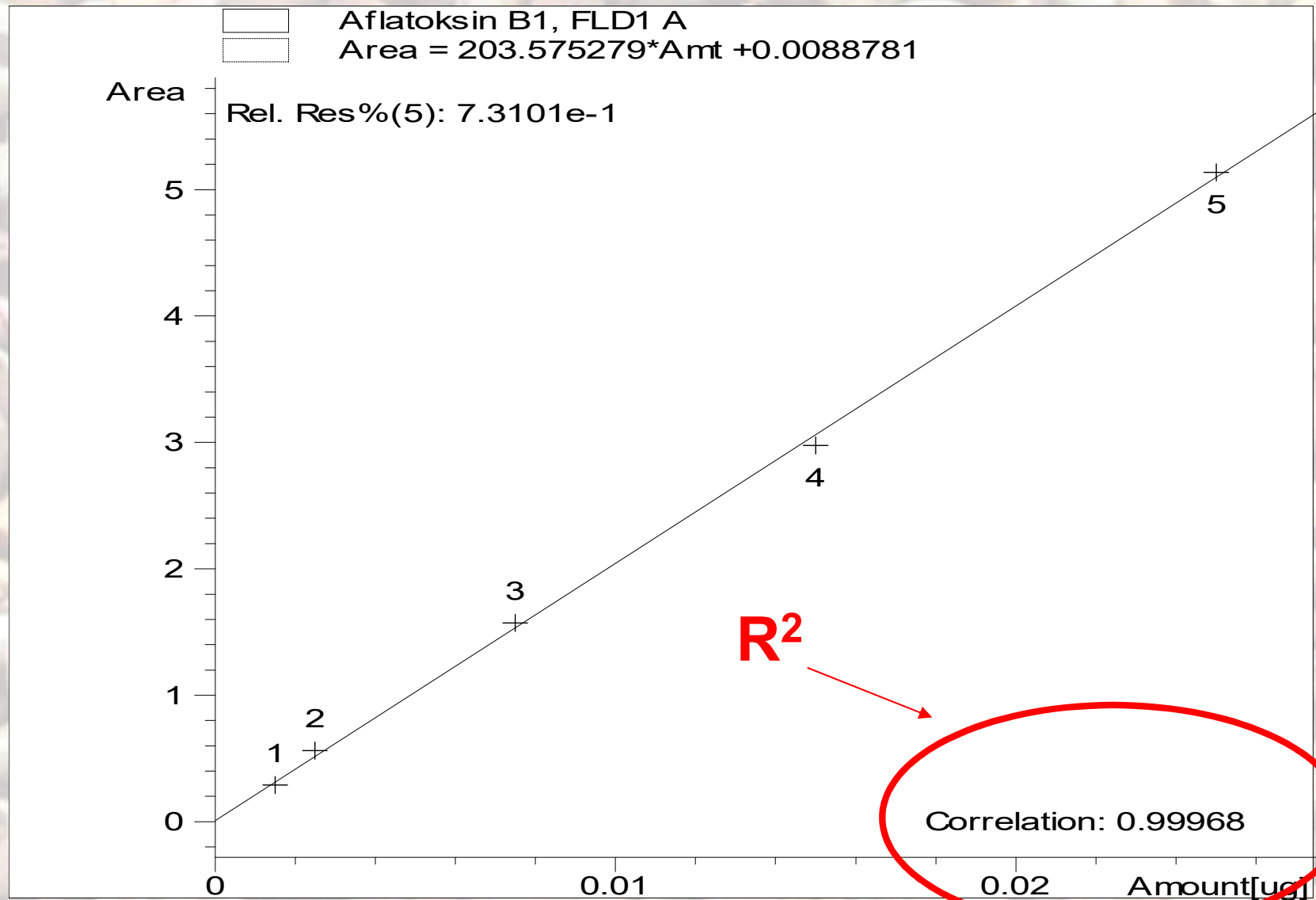
3 NOKTALI KALİBRASYON



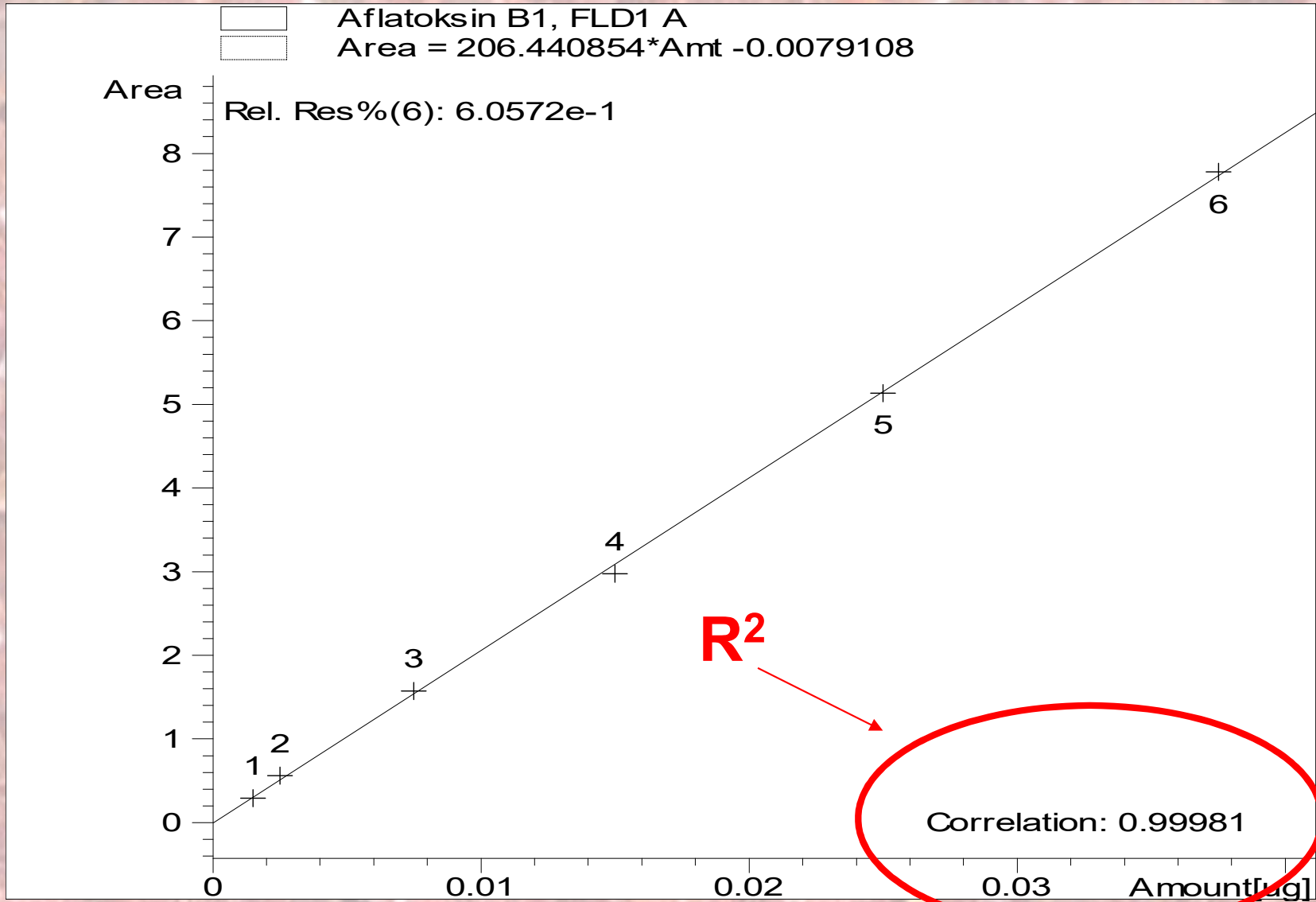
4 NOKTALI KALİBRASYON



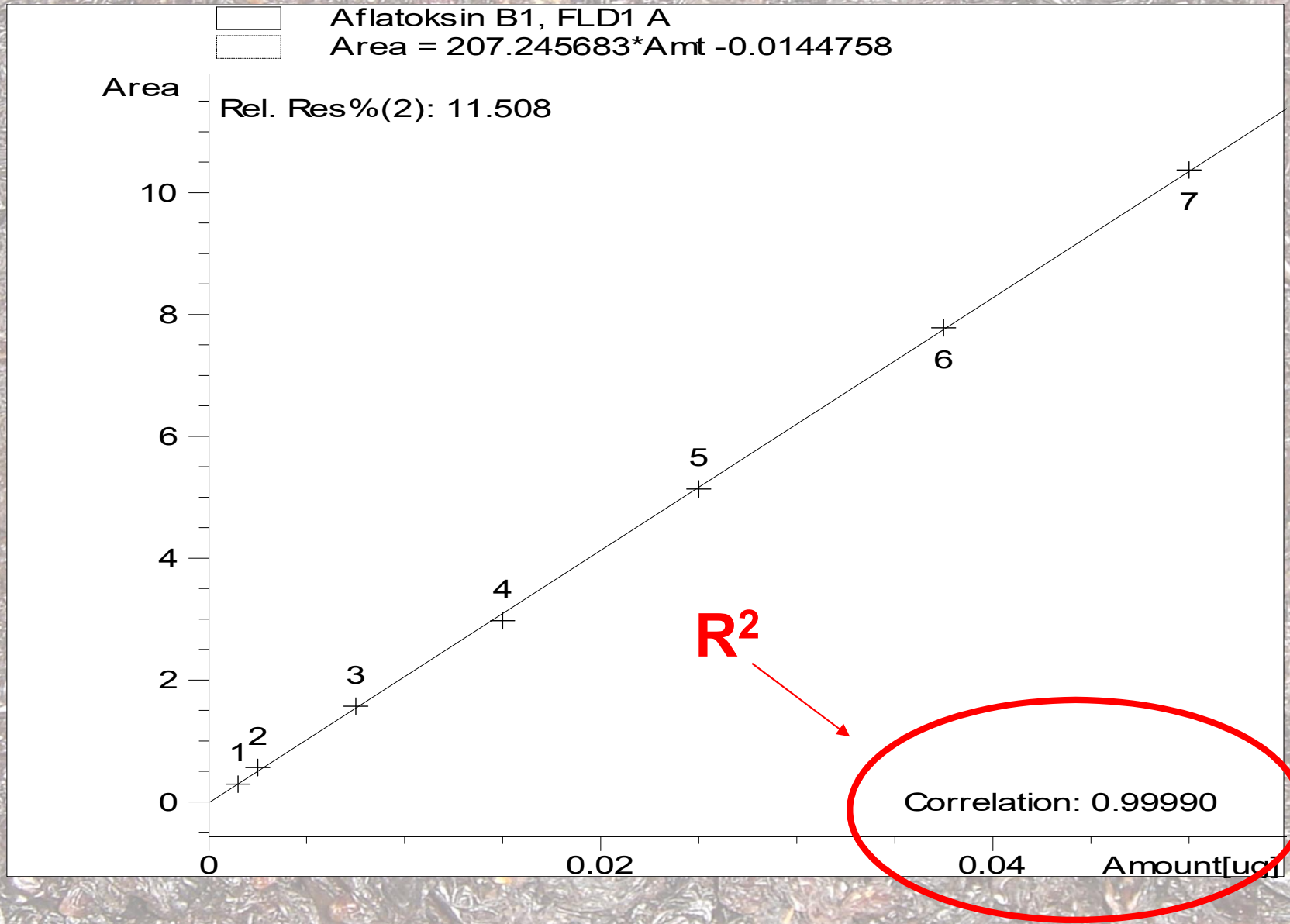
5 NOKTALI KALİBRASYON



6 NOKTALI KALİBRASYON



7 NOKTALI KALİBRASYON



8 NOKTALI KALİBRASYON

