

Homogenizacja prób obejmuje rozdrobnienie i zmieszanie. W zależności od rodzaju analizowanych parametrów wskazane jest odpowiednie rozdrobnienie badanego analitu.

Techniki zmniejszania próbki

Techniki zmniejszania próbki ogólnej materiałów sypkich:

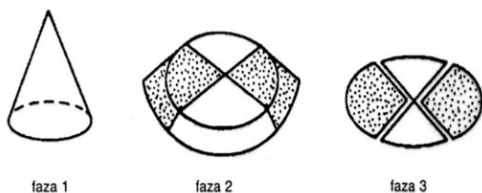
1. Technika ćwiartkowania.
1. Technika przemiennego sypania dwóch stożków.
1. Technika przesywywania frakcjonowanego.

Technika ćwiartkowania

Proces operacji ćwiartkowania prowadzi do zmniejszenia masy próbki o połowę.

Składa się ona z trzech faz:

1. Faza 1 - usypanie stożka;
2. Faza 2 - przekształcanie stożka w płacek i jego podział na cztery części;
3. Faza 3. – pobranie dwóch ćwiartek do dalszej operacji.

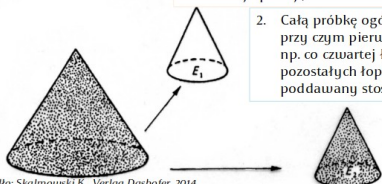


Technika przemiennego usypywania

Technika przesywywania frakcjonowanego jest zmodyfikowaną techniką sypania dwóch stożków.

Proces operacji przemiennego usypywania dwóch stożków jest złożony:

1. Całą ilość materiału stanowiącą próbkę ogólną przesywyuje się na określoną ilość identycznych stosów (frakcji), a następnie w sposób przypadkowy wybiera się jedną z frakcji do dalszej operacji;
2. Całą próbkę ogólną przesywyuje się na dwa stosy, przy czym pierwszy stos powstanie z zawartości np. co czwartej łopaty, a stos drugi z zawartości pozostałych łopat; dalszym operacjom będzie poddawany stos pierwszy.



Źródło: Salmowski R., Verlag Dashofer 2014
Wykład: Nowoczesne Techniki Badawcze w Inżynierii Materiałowej, dr hab. Beata Grabowska, WO AGH

Przygotowanie prób do badań

Etapy przygotowania prób odpadów stałych:

1. Wstępne suszenie do stanu powietrznie suchego
2. Suszenie termiczne/liofilizacja
3. Rozdrabnianie
4. Przesiewanie
5. Mineralizacja i roztwarzanie
6. Ekstrakcja.

Suszenie

- Suszenie wstępne w celu usunięcia wilgoci przemijającej.
- Suszenie termiczne w suszarkach elektrycznych w temperaturze 105°C.
- Produkty odpadowe z przemysłowiarkowego, celulozowo-papierniczego w temp. 70°C.
- Niektóre rodzaje próbek/odpadów metalurgicznych suszy się w temperaturze 200°C (odpady o dużej zawartości chlorków). Odpady metalurgiczne zawierające kwas siarkowy suszy się na łaźni piaskowej w temperaturze 350°C.



Suszarki laboratoryjne z naturalnym/wymuszonym obiegiem powietrza



Suszarka laboratoryjne próżniowe
<http://www.arlab.pl/suszarki3.html>

Liofilizacja

Sposób suszenia materiałów stałych w temperaturze pokojowej lub poniżej zera pod zmniejszonym ciśnieniem.

Metoda hermetyczna, w której próbki są izolowane od otoczenia, nie są więc narażone na zabrudzenie, co ma istotne znaczenie przy oznaczaniu zawartości składników śladowych.



Proces ten początkowo był wykorzystywany już podczas II wojny światowej. Polega on na „zimnym suszeniu” i przebiega w czterech fazach.

Przygotowanie - na tym etapie np. w przypadku owoców, możemy mówić o wstępnym pozabawieniu ich wilgoci lub zwiększeniu ich powierzchni, czyli po prostu o zgniataniu. Wiele owoców jest liofilizowanych w całości.
<http://www.calinatural.pl/pasteryzacja-a-liofilizacja>



<http://renatazarzycka.pl>

Rozdrabnianie

Stopień rozdrobnienia powinien być tym większy, im niższe są zawartości oznaczanego składnika.

Przy rozdrabnianiu próbek należy zachować odpowiednie warunki:

1. Rozdrabnianie próbek należy prowadzić w laboratoryjnych urządzeniach rozdrabniających, odpowiednich do materiału próbki;
2. W czasie operacji rozdrabniania skład próbki nie może ulegać zmianie
3. Próbki materiałów włóknistych łatwiej jest rozdrabniać w obniżonej temperaturze.

W przypadku rozdrabniania próbek do oznaczania składników śladowych należy dobrać materiał, z którego wykonane są części trące rozdrabniarek, aby próbki nie były narażone na zanieczyszczenie materiałem młynka.

Rozdrabnianie

Stopień rozdrobnienia powinien być tym większy, im niższe są zawartości oznaczanego składnika.

Rozdrabnianie prowadzi się w moździerzach lub młynach.

Młyny tarczowe oraz kulowe np. młynek PULVERISETTE z misą porcelanową.

Młyny wibracyjne - schładzanie w ciekłym azocie, można rozdrabniać materiały włókniste.

Młyny koloidalne – proces mielenia zachodzi na mokro, rozdrabnianie cząstek próbki do wielkości ułamków mikrona.



Rodzaju materiału: Twardy, kruchy, średnio-twardy
Max. uziarnienie początkowe (zależny od rodzaju materiału): 20 mm
Uziarnienie końcowe: 0,1 – 12 mm

Przesiewanie

- Czynność przesiewania ma na celu osiągnięcie jednorodności próbki.
- Do przesiewania używane są sита o znormalizowanych otworach.
- Przy badaniu odpadów zazwyczaj wystarczy stosować sита o wielkości oczek 10 i 0,5 mm.
- Przy oznaczaniu składników śladowych zalecane są wielkości oczek 0,1 mm.
- W celu ujednorodnienia prób o złożonym składzie stosuje się następujące zabiegi:
 1. Intensywne mieszanie zmielonej i przesianej próbki bezpośrednio przed wykonaniem odważek,
 2. Zastosowanie homogenizatorów laboratoryjnych, najczęściej wibracyjnych.



Mineralizacja



<http://www.donseru.pl/katalog-produktow/piece-do-mineralizacji>

Mineralizacja na sucho:

Polega na wyprażeniu próbki w piecu (poniżej 500°C) po jej poprzednim spopieleniu na palniku gazowym lub płytce elektrycznej. Mineralną pozostałość rozpuszcza się w niewielkiej ilości kwasu mineralnego i następnie w wodzie.

Mineralizacja na mokro:

Polega na utlenieniu materii organicznej za pomocą kwasów utleniających lub ich mieszanin.

Prowadzenie procesu stapiania zależy od właściwie dobranego topnika, od dokładnego sproszkowania próbki, dokładnego wymieszania jej z topnikiem oraz doboru odpowiedniego tygła.

Prowadzić można mineralizację promieniowaniem UV lub mineralizację kwasami.

Mineralizacja

polega na zniszczeniu zazwyczaj trudnorozpuszczalnych w wodzie związków organicznych i umożliwieniu przez to przeprowadzenia do roztworu składników, jakie chcemy oznaczyć.

Mineralizacja powinna zapewnić całkowite utlenienie substancji organicznych oraz zapewnić ilościowy odzysk oznaczanych substancji mineralnych.

Roztworzenie próbek – stosuje się kwasy mineralne HNO_3 , HCl , H_2SO_4 , woda królewska, HClO_4 , HF .

Zapewnienie bezpieczeństwa

Przepisy i zasady bezpieczeństwa i higieny pracy

Przepisy są to wszystkie regulacje, które zostały skodyfikowane, czyli zapisane i ogłoszone do stosowania niezależnie od ich rangi.

Przepisy bezpieczeństwa i higieny pracy można podzielić na (BHP):

- 1) Przepisy ogólne – mające zastosowanie we wszystkich zakładach pracy jak również tam gdzie nie ma wyraźnych regulacji z zakresu BHP.
- 2) Przepisy branżowe – stosowane w konkretnych środowiskach pracy.

Obowiązki pracownika

Szczególnie pracownik zobowiązany jest:

1. Znać przepisy i zasady BHP, brać udział w szkoleniu i instruktażu z tego zakresu oraz poddawać się egzaminom sprawdzającym;
2. Wykonywać pracę zgodnie z przepisami i zasadami BHP oraz stosować się w tym zakresie do wydawanych poleceń i wskazówek przełożonych;
3. Dbać o należyty stan maszyn, urządzeń i sprzętu oraz o porządek w miejscu pracy;
4. Stosować środki ochrony zbiorowej, a także używać przydzielanych środków ochrony indywidualnej zgodnie z jej przeznaczeniem;
5. Poddawać się wstępnym, okresowym i kontrolnym badaniom lekarskim i stosować się do wskazań lekarza;
6. Niezwłocznie zawiadomić przełożonego o zauważonym w zakładzie pracy wypadku lub zagrożeniu życia lub zdrowia człowieka oraz ostrzec współpracowników o grożącym niebezpieczeństwie;
7. Współdziałać z pracodawcą i przełożonymi w wypełnianiu obowiązków dotyczących BHP.