

## ДОДАТОК 4.С

(довідковий)

### **ВІДБИРАННЯ ПІДПРОБ ЗА ДОПОМОГОЮ ОБЛАДНАННЯ З ГОМОГЕНІЗУВАННЯ**

#### **4.С.1 Мета**

Мета полягає в отриманні однорідної проби з підпроб без забруднення проби. Якщо цей крок виконати неправильно, це може призвести до різниці в концентраціях завислих речовин у пляшках для лабораторії. Гідрофобні органічні мікрозабруднювачі мають велику спорідненість із завислими речовинами. Наслідки недостатнього гомогенізування можуть бути важливими.

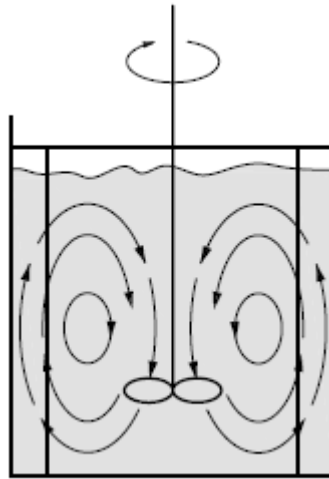
Застосування належних практик гомогенізування є обов'язковим, в тому числі для проб з низьким вмістом завислих речовин.

Ручне гомогенізування категорично не рекомендовано з наступних причин:

- безпека людини;
- часткове гомогенізування або нерівномірне гомогенізування під час розподілу зібраного об'єму в різні пляшки для аналізування;
- нерепрезентативність партикуляту, розподіленого у пляшки для аналізування;
- забруднення при використанні нечистого інструменту

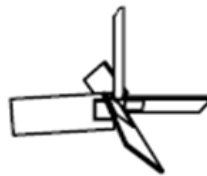
#### **4.С.2 Вибирання обладнання**

Гомогенності досягають за допомогою осьового потоку (рисунок 4.С.1), без створення вихору (щоб уникнути втрати летких сполук).



**Рисунок 4.С.1** – Приклад осьового потоку для гомогенізування проб.

Лопати пропелера, як показано на рисунку 4.С.2 (діаметром  $1/3$  діаметра збиральної колби), створюють ефективний осьовий потік.



**а) Прямокутний чотирилопатевий пропелер**



**б) Профільований трилопатевий пропелер**



**с) Морський гвинт**

**Рисунок 4.С.2** – Типи пропелерів та гвинтів для змішування з використанням осьового потоку

Прямокутний чотирилопатевий пропелер є найбільш ефективним. Завжди використовують мішалку, розроблену і виготовлену для лабораторної роботи. Не треба використовувати пропелери з невідомим складом і характеристиками, які легко стираються або мають ознаки корозії.

У таблиці 4.С.1 наведено обладнання, необхідне для гомогенізування проб.

**Таблиця 4.С.1** – Обладнання, необхідне для гомогенізування проб

<p>Обладнання для гомогенізування</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>— Збиральна колба з широким горлом</li> <li>— Опора для дреля</li> <li>— Акумуляторний дріль-шуруповерт, що викручує, із зарядженим акумулятором</li> <li>— Пропелер для створення осьового потоку (діаметр приблизно 1/3 діаметра або ширини колби для відбирання)</li> <li>— Шток для пропелера, з нержавіючої сталі</li> </ul>
<p>Розподільне обладнання</p> <p>⇒</p> <p>або</p> <p>⇒</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>— Політетрафторетиленова (PTFE) сифонна трубка (діаметр достатній запобіганню засміченню, наприклад, внутрішній діаметр = 13 мм, зовнішній діаметр = 15 мм)</li> <li>— Силіконова заглушка (діаметр більший ніж діаметр сифонної трубки, наприклад, внутрішній діаметр = 15 мм, зовнішній діаметр = 17 мм)</li> <li>— Система для сифонування</li> <li>— Пляшки для аналізування</li> </ul> <hr/> <ul style="list-style-type: none"> <li>— Перистальтичний насос, що працює в режимі продувки (автопробовідбиральник)</li> <li>— Використання політетрафторетиленової (PTFE) трубки всмоктувальної лінії</li> <li>— Пляшки для аналізування</li> </ul>

### 4.С.3 Контролювання обладнання

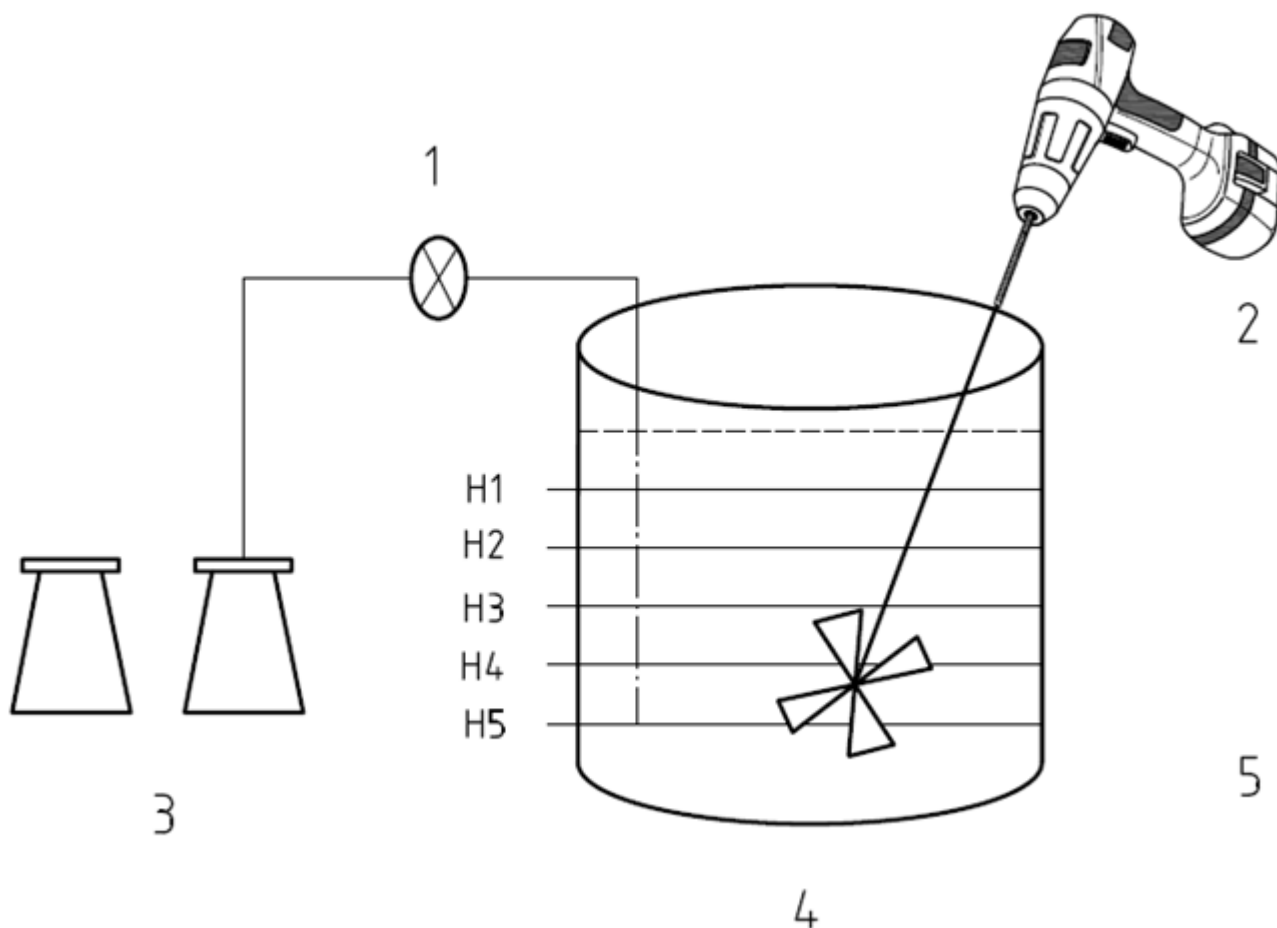
Необхідно перевіряти ефективність роботи обладнання для гомогенізування (положення пропелера, швидкість перемішування, тривалість гомогенізування). Рекомендований протокол аудиту передбачає відбирання декількох тестових проб (загалом 5) на різній висоті в збиральній колбі (див. рисунок 4.С.3). Концентрацію завислих речовин у цих пробх необхідно визначати відповідно до EN 872.

Обладнання для гомогенізування вважають ефективним, якщо виміряні значення знаходяться в межах від 90 % до 110 % від концентрації завислих речовин, що вимірюють.

*Приклад:*

Процедура валідації обладнання для гомогенізування:

- Закріплюють вибране обладнання для гомогенізування у збиральній колбі.
- Точно заповнюють (за допомогою мірної колби або градуйованого циліндра) збиральну колбу питною водою (вода без завислих твердих речовин). Введений об'єм повинен бути близьким до об'єму, який зазвичай відбирають під час польових робіт.
- Додають відому масу попередньо підготовленої мікрокристалічної целюлози (див. рекомендації в EN 872), щоб отримати відповідно концентрацію в збиральній колбі (наприклад, 100 мг/л).
- Починають перемішувати і дають суміші дійти до рівноваги протягом декількох хвилин.
- Очищують всмоктувальну трубку, відкачавши 3 рази по 500 мл, і виливають об'єм назад у збиральну колбу.
- Розміщують вхід всмоктувальної трубки на висоті Н1 (рисунок 4.С.3), продувають та наповнюють пляшку об'ємом 500 мл.
- Розміщують вхід всмоктувальної трубки на висоті Н2, продувають та наповнюють пляшку об'ємом 500 мл.
- Той самий підхід застосовують для висот Н3, Н4, Н5.



*Умовні позначки:*

- 1 Обладнання для розподілу
- 2 Дріль-шурупверт
- 3 Пляшки для аналізування завислих речовин
- 4 Контейнер (наприклад, збиральна колба)
- 5 Мішалка (чотирилопатева, трилопатева або морський гвинт)

**Рисунок 4.С.3** – Розташування проб (Н1, Н2, Н3, Н4, Н5) - валідація обладнання для гомогенізування