

Пробоотбор и пробоподготовка

Пробоотбор (или отбор проб)-

начальная, наиб. трудоемкая, сложная и ответств. стадия, включающая отбор точечных (разовых, частичных, первичных) проб из партии материала и их смешивание для получения объединенной (общей) пробы.

Пробоподготовка (подготовка, разделка пробы)

-заключит. часть опробования, в ходе к-рой объединенную пробу дробят до определенного макс. размера кусков (зерен), перемешивают для повышения однородности и подвергают т. наз. сокращению, отбрасывая определенную часть материала

За один или неск. циклов дробления, перемешивания и сокращения получают готовую (среднюю, товарную) пробу. Сокращением готовой пробы получают лабораторную (паспортную) пробу, предназначенную для проведения всех видов лаб. испытаний, и контрольную (арбитражную, резервную) пробу, к-рую хранят на случай проведения повторных, арбитражных испытаний.

Погрешности опробования и анализа.

a – содержание определяемого вещества в партии

$a_{\text{пр}}$ – содержание вещества в пробе аналитической

$C_{\text{ан}}$ - результат анализа

- 1) Погрешность анализа: $D_{\text{ан}} = C_{(\text{ан})} - a_{(\text{пр})}$
- 2) Погрешность опробывания: $D_{\text{о}} = a_{(\text{пр})} - a$
- 3) Суммарная погрешность всего комплекса опробывания и анализа: $D_{\text{с}} = C_{(\text{ан})} - a$

Мерой

представительности пробы является значение той погрешности, с к-рой эта проба отражает истинное среднее содержание компонента в исходной массе материала

$$D_0 = a_{\text{пр}} - a.$$

Численное значение любой погрешности предсказать невозможно, т.к. она включает систематическую и случайную составляющие.

Разработка методик опробования

В создании методик можно выделить четыре этапа: 1) планирование;

2) разработка условий и последовательности операций получения проб

3) оценка значений пределов погрешности опробования D_0 ;

4) выработка документа, содержащего описание условий проведения опробования

При разработке методик опробования особенно важно определить число точечных проб и массу объединенной проб, а также получить формулы для расчетов при составлении схемы сокращения. Это необходимо для получения представительной пробы. Несмотря на разнообразие использованных различными исследователями методов и подходов, общепринятого точного решения этой проблемы нет.

Число точечных проб должно быть тем больше, чем неоднороднее опробуемый материал. Чтобы предел погрешности опробования D_0 не превосходил нормированную погрешность анализа, необходимое число точечных проб определяют экспериментально

$$(2s/D_{ан}^n \leq \sqrt{N})$$

$D_{ан}^n$ - нормированная погрешность анализа;

s -стандартное отклонение единичных результатов анализа от среднего значения

N - число точечных проб

При составлении схемы пробоподготовки используют эм-пирич. ф-лы, полученные обобщением эксперим. данных и опыта работы предприятий.

Напр., в случае руд широко применяются ф-ла Ричардса - Чечотта.

Ф-ла Ричардса - Чечотта для массы пробы w (кг) :
 $w = Kd^2$, где d - диаметр (мм) куска макс. размера (определяется ситовым анализом); K -коэф. пропорциональности, зависящий от однородности и ценности руды

для очень бедных и весьма однородных руд $K = 0,2$
для богатых или неоднородных $K = 9$.

Часто пользуются таблицами, составленными на основе аналогичных ф-л. В этих таблицах приводят зависимость предельной массы пробы от крупности, неоднородности хим. состава исследуемого материала и ценности определяемого компонента. Получаемые результаты тем надежнее, чем ближе св-ва и особенности рассматриваемого объекта к св-вам и особенностям тех объектов, исследование к-рых было положено в основу таблиц.

Отбор проб твердых материалов.

Твердые материалы различают на
порошкообразные, кусковые,
крупноразмерные

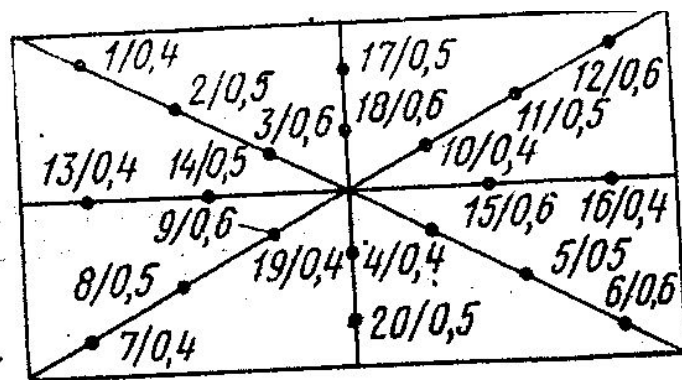
Чем крупноразмернее материал тем он неоднороднее и тем труднее взять среднюю пробу. Неоднородность обусловлена многими причинами:

- в природе как правило вещества не встречаются в чистом виде;
- материал может сделаться неоднородным вследствие хранения на воздухе, увлажнения, загрязнения
- ликвация (в мет. Отливках) расслаивание при затвердевании вследствие различной плотности компонентов.
- сегрегация – расслаивание материала по степени дисперсности, которое происходит при перевозке материала.

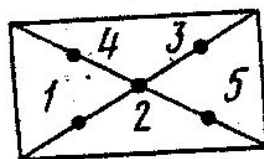
- Если сыпучие материалы поступают в таре, то пробу отбирают из 5-10 % мест. Пробу берут специальным приспособлением щупом. Обычно это железный или медный узкий желоб, заостренный с одного конца и имеющий рукоятку. Примерные размеры щупа: Длина 1,25-1,5 м, диаметр 15-20 мм.



Рис. 6. Шуп



а



б

Рис. 7. Схема расположения точек отбора проб из вагонов (а) и вагонеток (б). Числитель — номер точки отбора; знаменатель — глубина отбора от поверхности материала в м

Отбор первичной пробы металлов

- Пробы от толстых листов, чушек берут в виде стружек, получаемых сверлением. Если берут пробу железного листа, то просверливают его насквозь в нескольких местах в шахматном порядке. Для отбора пробы малого диаметра ее нарезают ножницами, при большом диаметре проволоку предварительно расплющивают.

- При взятии пробы металлической отливки необходимо учитывать явление ликвации. Поэтому необходимо сверлить так, чтобы в пробу вошли как наружные, так и внутренние слои. Более точные результаты получаются при отборе пробы металла во время плавки, пробы отливают в специальные изложницы.

Отбор первичной пробы кусковых материалов

- Отбор средних проб кусковых материалов – руд, апатитов – представляет наибольшие трудности, так как состав одного куска может резко отличаться от состава другого. При отборе пробы необходимо сохранять в ней соотношение между крупными кусками и мелочью такое же, как в исходном материале. Наиболее точной получается проба тогда, когда весь материал будет измельчен в более или менее тонкий порошок, однако часто исходное сырье не подлежит измельчению по технологическому процессу.

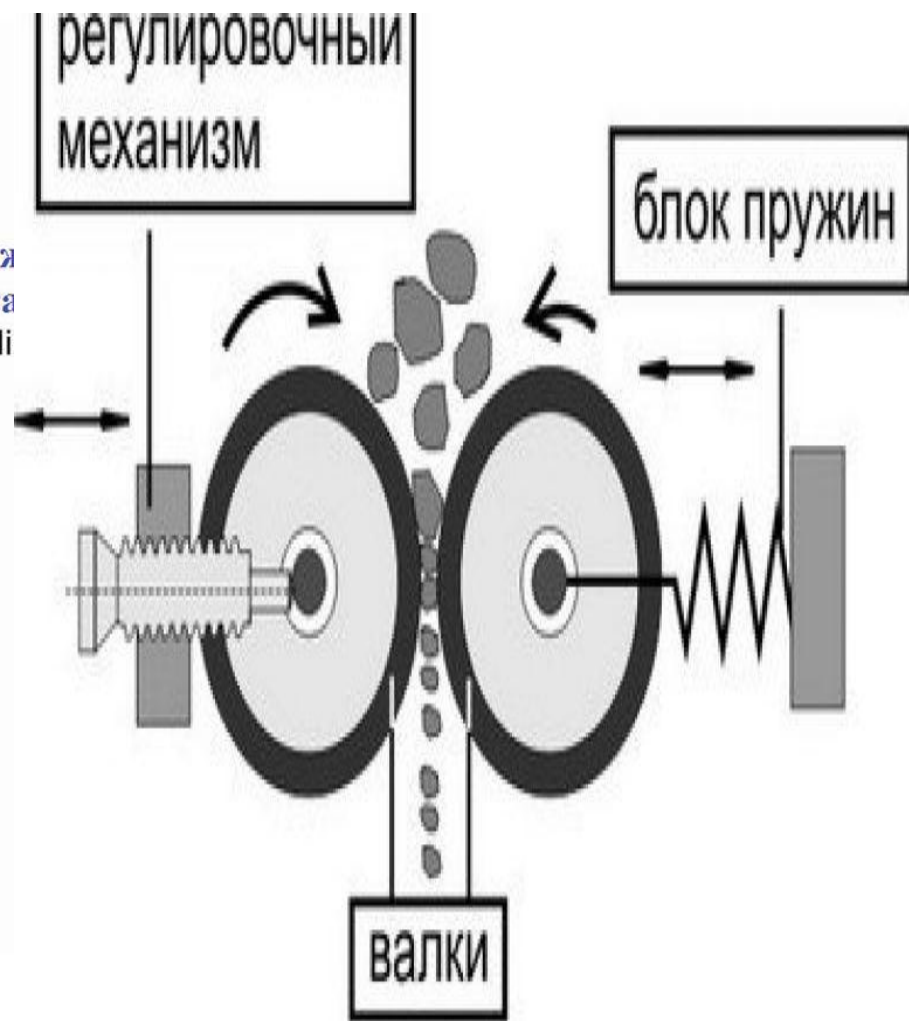
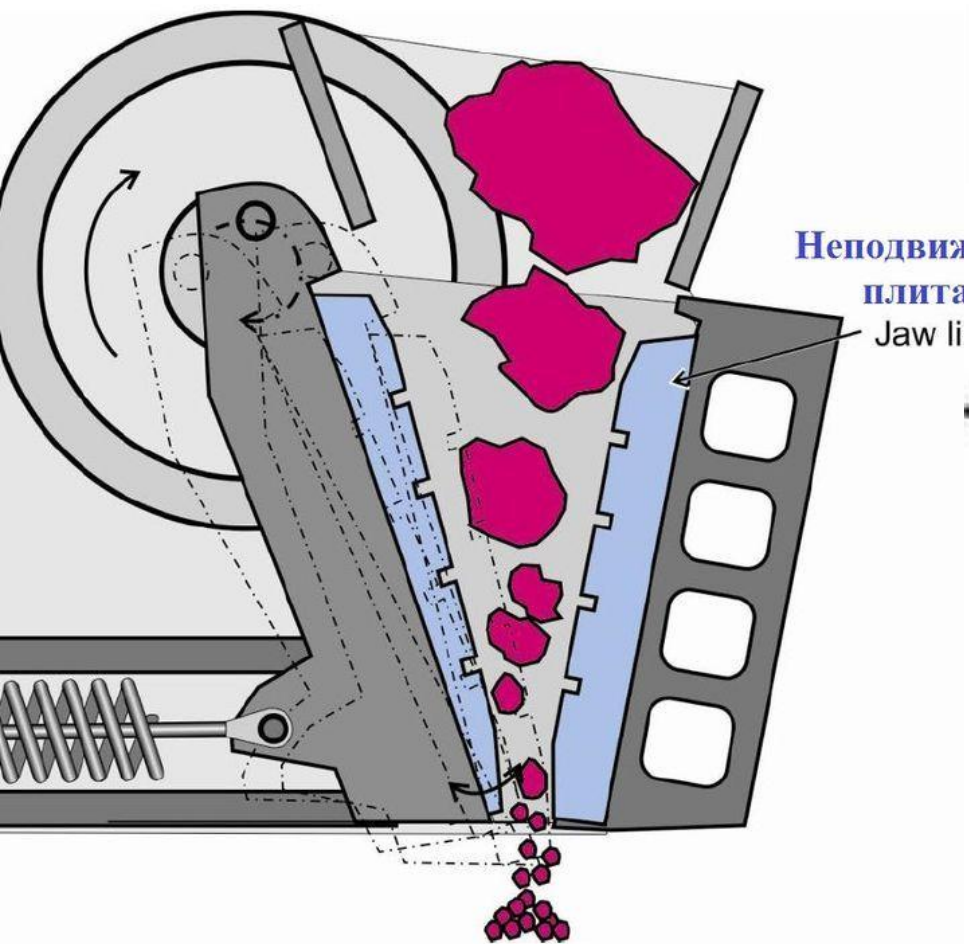
Обработка и разделка отобранных первичных проб

- Первичная проба может весить от нескольких килограммов до нескольких сот килограммов. Для химического анализа нужна навеска как правило 0,5-2 г. Следовательно, пробу надо сократить. Причем состав сокращенной пробы должен соответствовать составу исходной пробы. Это достигается разделкой проб.
- **Разделка** – состоит из нескольких операций: измельчения, перемешивания и сокращения.

Измельчение материала проб
производится в 3-4 стадии:

1. крупное (до 100-30 мм),
2. среднее (12-5 мм),
3. мелкое (до 0,7 мм)
4. тонкое (до 0,15-0,07 мм).

- -Крупное и среднее измельчение-
щековых дробилках
- -Мелкое измельчение - на валковых
мельницах
- -Тонкое измельчение производится на
дисковых истирателях, шаровых и
стержневых мельницах.

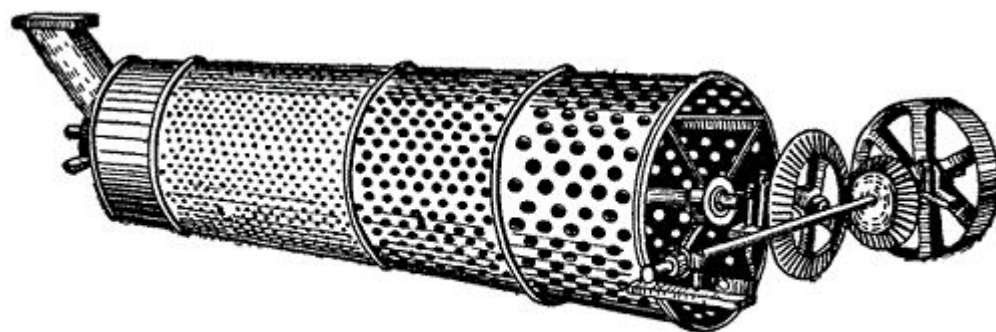


Перемешивание

- **-Перемешивание** производится механическими смесителями или шаровыми мельницами без шаров.

Разделение по фракциям

- **-Грохочение** (просеивание) выполняется механическими смесителями или ручным способом. Для механического грохочения используют барабанные грохоты и колосниковые (материал крупнее 25 мм) или решётчатые (материал мельче 25 мм) грохоты.
- **-Просеивание мелкого и тонкого материала** (менее 2,5 мм) производится с применением стандартного набора сит (от 1,5 до 0,06 мм).



Цилиндрический барабанный грохот



- **Сокращение** может быть механическим на механическом сократителе или автоматическим делителем.
- **Ручное сокращение** производят методом многократного квартования и объединения материала двух противоположных квадрантов для продолжения обработки по принятой схеме .

- Материал, подлежащий опробованию, насыпается в виде конуса, которая затем разворачивается в плоский диск
- Диск разделяют радиально на четверти, причем две противоположные четверти берут в пробу, а другие две отбрасывают. Отобранные в пробу две четверти сгребают снова в конус и повторяют до тех пор, пока не будет получена проба требуемого веса

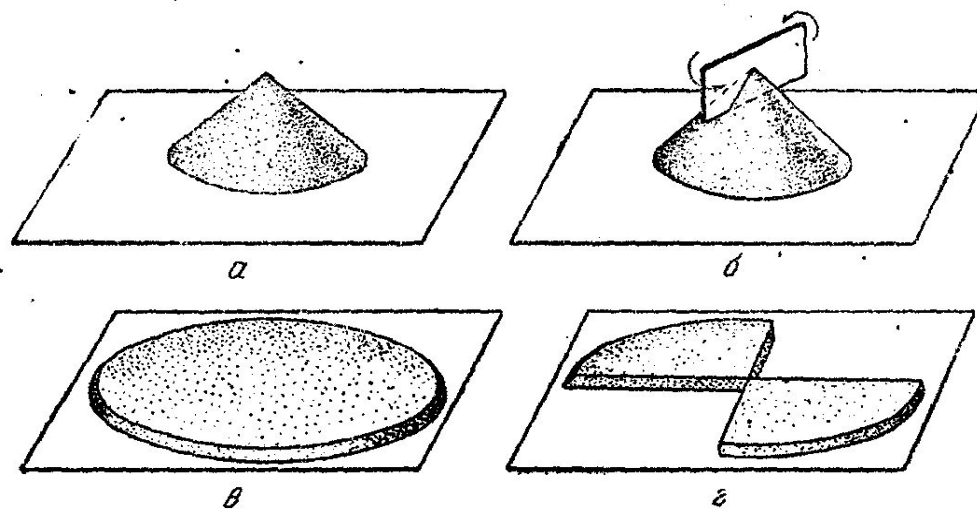


Рис. 4. Схема перемешивания и квартования первичной пробы:
a—перемешанная куча; *б*—расплющивание кучи; *в*—расплющенная куча; *г*—куча, разделенная на сектора.

Отбор лабораторной пробы. После последнего сокращения и перемешивания пробы коническую кучу расплющивают, как для сокращения, и делят на 16—20 равных квадратов взаимно перпендикулярными линиями, как показано на рис. 5, *a*. Из середины

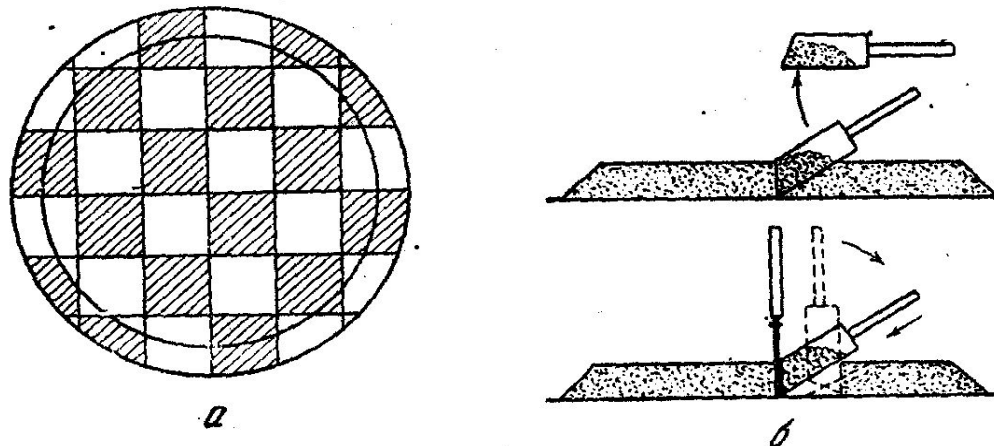


Рис. 5. Схема отбора пробы для отправки в лабораторию:
a—куча, разделенная на квадраты; *б*—отбор пробы совком.

Отбор проб жидкостей

Среднюю пробу жидкости берут специальным пробоотборником. Конструкция пробоотборника зависит от вида анализируемой жидкости.

- ***Отбор проб из мелкой тары***

Из сосудов небольшой емкости отбирают 10-25 % общего числа мест, из каждого места берут одинаковое количество жидкости и смешивают. Если сосуды различной емкости, то пробы должны быть пропорциональны количеству жидкости в сосуде.

Отбор проб из больших резервуаров.

Отбирают от 3 до 5 проб

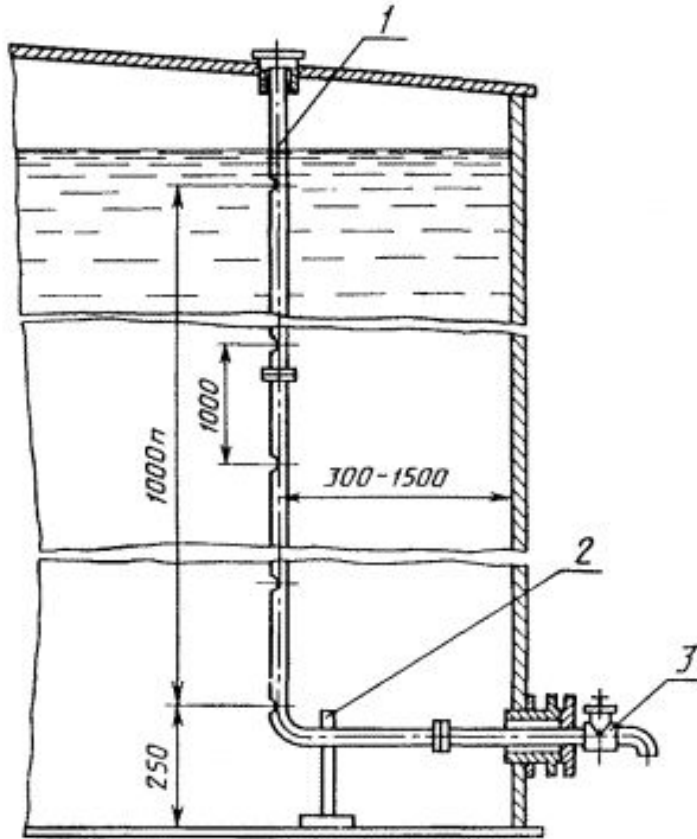
- 1) в верхней части резервуара, на 10 % ниже уровня жидкости
- 2) в середине высоты слоя жидкости в резервуаре
- 3) в нижней части резервуара.

Если 5 проб то еще 2 точки. Пробы отбирают пробоотборником.

Порядок отбора донной пробы (из цистерны или резервуара): приспособление для сбора пробы 1. опускают до уровня дна цистерны или резервуара; 2. из штуцера вытаскивается пробка; 3. пробосборник заполняется; 4. его поднимают наверх; 5. полученная проба сливается в пробоприемник.



Стационарный пробоотборник с перфорированной заборной трубкой



- 1 - перфорированная трубка;
- 2 - опорная стойка;
- 3 - кран

пробоотборник

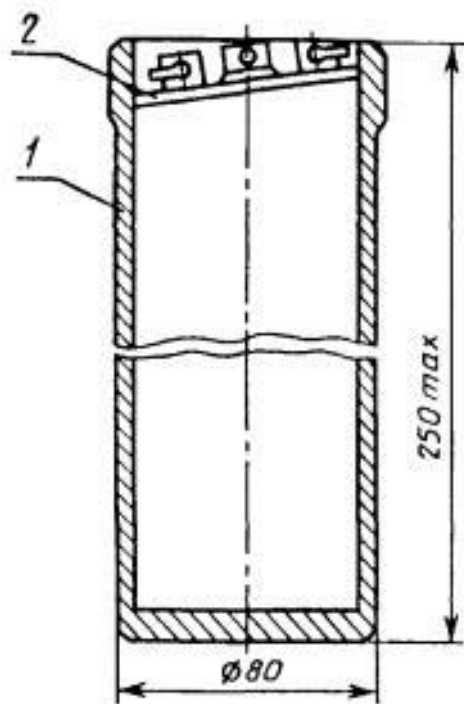
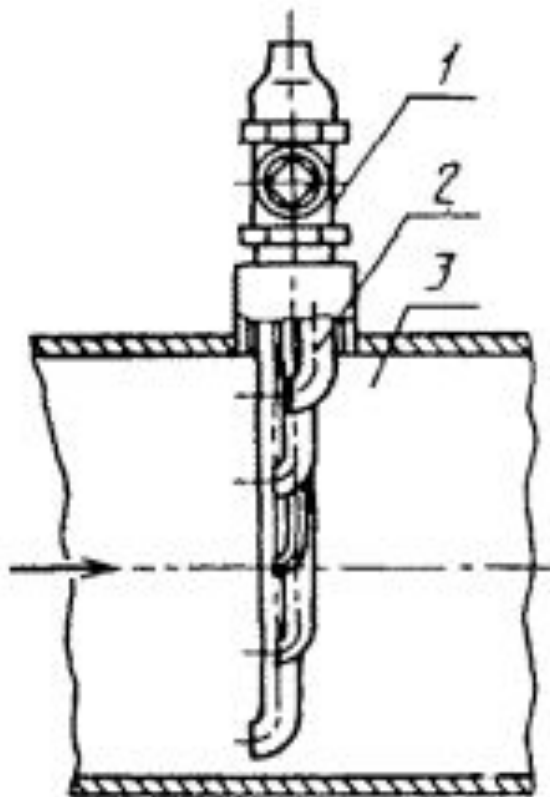


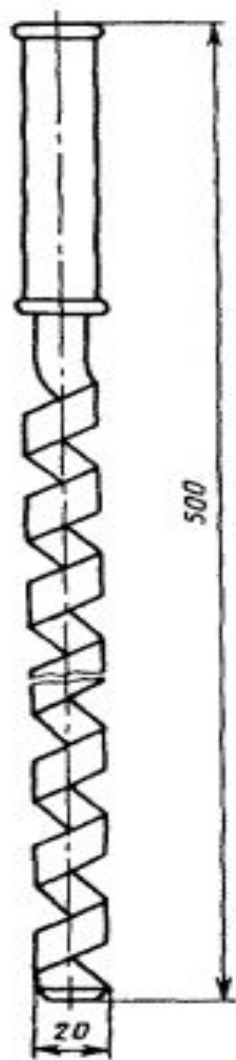
Схема расположения трубок пробозаборного устройства по сечению трубопровода



Отбор проб полужидких материалов (шлама, пульпы, СМОЛЫ)

вызывает затруднения в следствии неоднородности продукта и расслаивании массы. Специальные пробоотборники опускают на различную глубину, пробы затем перемешиваются.

Мазеобразные продукты – используется винтообразный щуп. Щуп ввинчивают до дна тары, вынимают и содержимое снимают лопаткой.



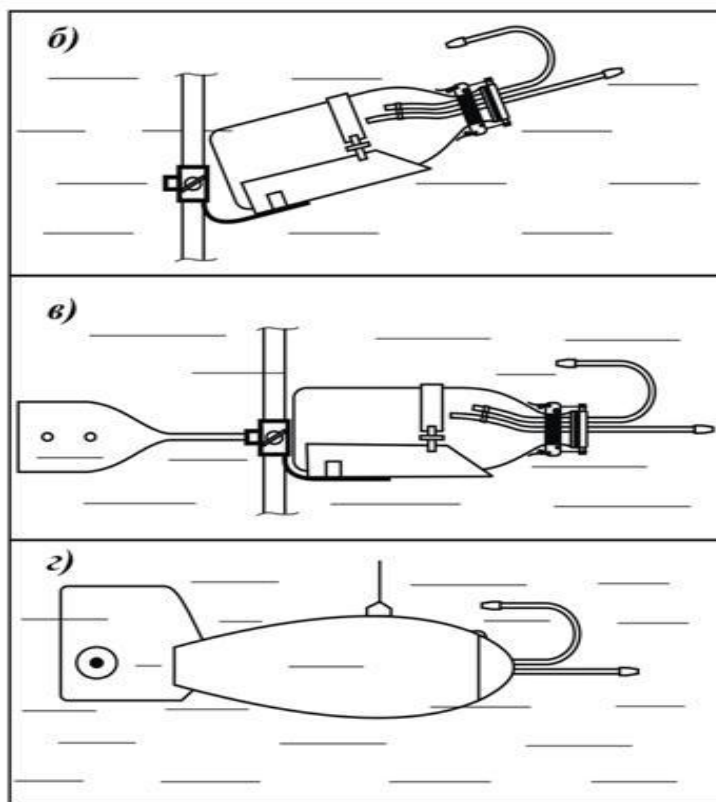
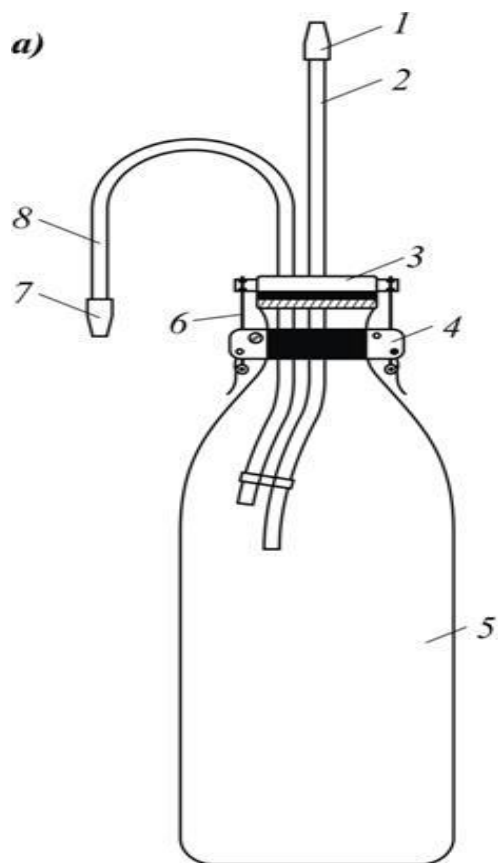
Винтообразный щуп
используют для вязких
материалов (смазки)

Отбор проб воды

Объем отбираемой пробы, необходимой для анализа, зависит от числа определяемых компонентов и обычно колеблется от 1 до 2 литров. Пробы воды на химический анализ следует брать на стреже потока с поверхности (0,2-0,5 м), при этом проба воды осторожно зачерпывается (без взбалтывания) каким-либо большим сосудом. Для взятия глубинных проб употребляются специальные приборы - батометры, снабженные краном.

а) - бутылка - батометр

–1 – сменная насадка водозаборной трубки; 2 – водозаборная трубка; 3 – металлическая пробка-головка; 4 – хомут; 5 – бутылка емкостью 1 л; 6 – зажим головки; 7 – насадка воздухоотводной трубки; 8 – воздухоотводная трубка



Отбор газообразных материалов

1. Метод наполнения заключается в заполнении сосудов различной ёмкости исследуемой газовой смесью. Метод используется преимущественно в тех случаях, когда для анализа требуются малые (0,1–3,0 дм³) количества пробы, например, в случае высокой концентрации анализируемой примеси, а также высокой чувствительности используемого метода анализа

- Для отбора газовой пробы используются специальные сосуды – газовые пипетки
- газовые пипетки изготавливают из стекла ёмкостью 0,1–0,5 дм³ , реже – металлические ёмкостью до 2 дм³ . Они представляют собой обыкновенные широкие трубки, суженные на концах, на которые надевают резиновые трубки, закрываемые винтовыми задвижками, или двумя стеклянными кранами, смазанными вакуумной смазкой. Металлическая газовая пипетка, изготовленная из меди или серебра, пред назначена для собирания инертных газов



Заполнение газовой пипетки

- Способ обмена.

При избыточном давлении в газопроводе к пробоотборной трубке присоединяют при помощи резиновой трубки сухую пипетку и продувают шестикратным по отношению к объёму пипетки объёмом газа.

- Способ газожидкостного вытеснения, заключается в том, что газовую пипетку перед отбором пробы наполняют жидкостью, обладающей малой растворяющей способностью по отношению к компонентам газовой смеси

Один конец пипетки присоединяют шлангом к пробоотборной трубке, а второй поднимают вверх (если газ имеет избыточное давление) и открывают краны до полного вытеснения жидкости

В случае малого собственного давления газа второй конец пипетки опускают вниз, и вытекающая под собственным давлением жидкость создает вакуум в пипетке, куда и засасывается проба исследуемого газа.

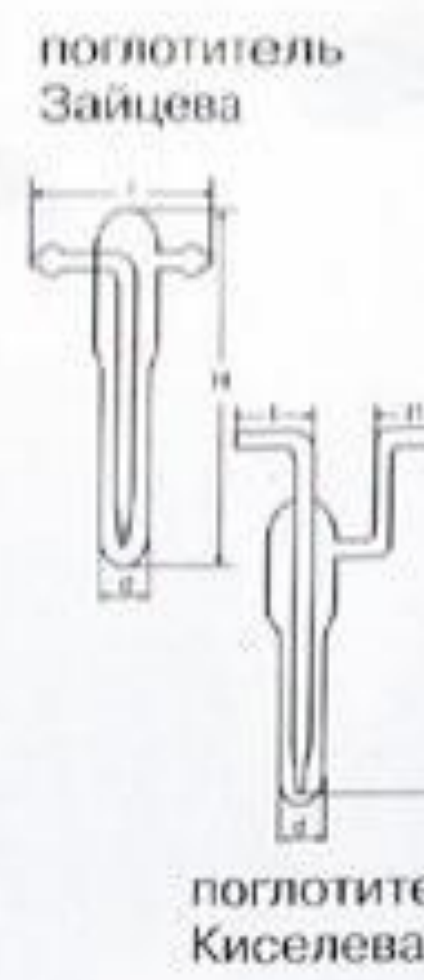
- Вакуумный способ.

В пипетке, предназначенной для отбора пробы газа, создается разрежение с помощью вакуум-насоса. После подсоединения к пробоотборной трубке у пипетки открывают кран на соединяющей трубке. В силу разности давлений исследуемый газ заполняет пипетку.

Сорбционный метод

используется тогда, когда определяемое вещество составляет очень малую долю в газовой смеси и для его анализа требуется большое количество пробы газа, которое должно быть несоизмеримо большее, чем ёмкость газовых пипеток.

Поглотительные среды, т.е. используемые сорбенты, могут быть как жидкие (в основном кислоты), так и твердые (активированный уголь, силикагель и др.). Определяемые вещества в газообразном состоянии улавливаются из газовой смеси поглотителями, в которых они растворяются, химически связываются или адсорбируются.



- Применение твердых сорбентов для отбора проб дает возможность увеличить скорость пропускания воздуха или газа. Твердые сорбенты позволяют также осуществлять избирательную сорбцию одних веществ в присутствии других, кроме того, они удобны в работе, при транспортировке и хранении проб.

Требования к твердым сорбентам

- должны обладать механической прочностью,
- иметь максимальную сорбционную способность
- легко десорбировать анализируемое вещество.

