

Пробоотбор и пробоподготовка

- Результаты любого количественного анализа должны верно отражать истинное содержание определяемых компонентов в образце.
- **Пробоотбор** - самая ответственная стадия анализа: неправильный отбор пробы может свести на —нет всю последующую работу, как бы кропотливо она ни выполнялась.
- При пробоотборе обязательно соблюдение условия: **проба должна быть представительной.**

Пробоподготовка

- Отбор проб (представительная проба)
- Исключение контаминации пробы
- Соблюдение режимов хранения и доставки пробы



- Измельчение пробы
- Концентрация пробы
- Предварительный лизис образца



fppt.com

При выборе метода исследования следует учитывать трудоемкость и стоимость таких операций как «проботбор» и «пробоподготовка».

Представительность пробы - ее соответствие поставленной задаче по объему, времени, месту отбора, а также технике отбора и условиям хранения и транспортировки.



Отбор проб активного ила

Материал забирали с аэротенков очистных сооружений ББО ОНПЗ с 6 февраля 2017 по 28 апреля 2017.

Требования к забору проб:

- Стерильность и герметичность посуды;
- Температура;
- Сроки и условия хранения.



Чем больше проба, тем она представительнее.

Но со слишком большой пробой трудно работать, поэтому в этом вопросе нужен разумный компромисс.

Различают :

- генеральную,
- лабораторную
- анализируемую пробы.

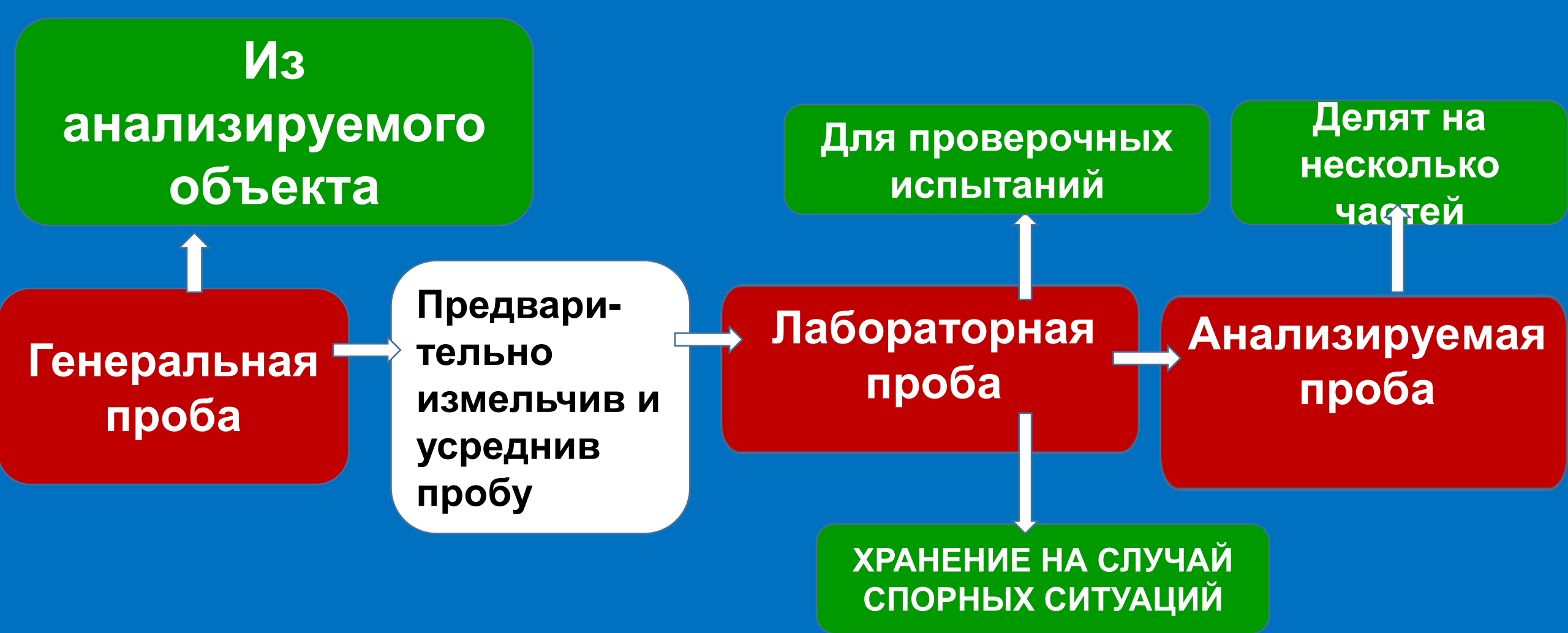
Генеральная (первичная или большая) проба - отбирается непосредственно из анализируемого объекта.

Из генеральной пробы путем ее сокращения (предварительно измельчив и усреднив) отбирают **лабораторную пробу**.

Часть ее оставляют для проверочных испытаний, другую подвергают анализу, а третью хранят на случай спорных ситуаций.

Анализируемую пробу также делят на несколько частей, поскольку определения повторяют, как правило, несколько раз.





- В случае скоропортящихся проб (продукты питания, природные воды, биологический материал) следует предпринять меры к консервированию пробы на время доставки к месту выполнения анализа. Так, природная вода почти не изменяет своего состава в течение времени до 1-2 часов.
- Это время можно увеличить, охладив ее до температуры ниже 0°C.
- Но обычно приходится добавлять различные консерванты.
- Консервант не должен изменять содержание определяемых компонентов.
- Часто встречаются ситуации, когда анализируемый материал обязательно изменяется во времени.
- В таких случаях различают простую и смешанную пробы.
- Простая - однократно, в одном месте, отбирают все требуемое количество.
- Смешанная - смесь простых проб, полученных либо в одном месте, но в разное время, либо в разных местах, но одновременно.
- На месте отбора пробы необходимы записи в журнале:
 - - о происхождении пробы,
 - - месте отбора,
 - - особенностях условия содержания,
 - - точной дате отбора.

- **Пробоподготовка может включать:**
 - а) высушивание;
 - б) разложение и растворение;
 - в) концентрирование (для повышения чувствительности определения);
 - г) разделение или маскировку (для повышения селективности).
- **Маскирование** – это торможение или полное подавление химической реакции мешающего компонента с аналитическим реагентом в присутствии веществ, способных изменить ее направление или скорость.
- Эффективный прием - **маскирование мешающих компонентов путем связывания в прочный комплекс с подходящим лигандом.**
- **Определяемый компонент комплекса не образует или его устойчивость крайне невелика.**
- Например, Ионы Fe^{3+} часто маскируют фторид-ионами:
 - $\text{Fe}^{3+} + 6\text{F}^- = [\text{FeF}_6]^{3-}$
 - $[\text{FeF}_6]^{3-} + \text{SCN}^- \neq \text{Co}^{2+} + n\text{SCN}^- = \text{Co}(\text{SCN})_n(n-2)^-$

- Аналогичные записи выполняются на этикетке, помещаемой на упаковке (посуде) с пробой.
- Способы отбора пробы и ее величина определяются в первую очередь **свойствами анализируемого объекта:**
 - - его агрегатное состояние,
 - - неоднородность,
 - -размер частиц,
 - - требуемая точность анализа.
 -

- В случае каждого конкретного материала существуют свои особенности.
- Несложен отбор проб гомогенных жидкостей. Однако надо быть уверенным в ее гомогенности.
- Для отбора проб истинно гетерогенных жидкостей можно поступить по-разному.
- Если есть возможность полной гомогенизации объекта, делают это и отбирают необходимую пробу.
- Если гомогенизация невозможна, наоборот, добиваются полного расслоения жидкой смеси и анализируют отдельно каждую фазу.

- **Группы маскирующих реагентов**
- **1. Реагенты, образующие с мешающими компонентами более устойчивые соединения, чем с определяемыми компонентами. Например, $[\text{FeF}_6]_3^-$.**
- **2. Реагенты, предотвращающие образование мало-растворимых гидроксидов мешающих катионов.**
- **Например, в присутствии винной кислоты осадок $\text{Fe}(\text{OH})_3$ не выпадает при добавлении NH_3 (до pH 9-10).**
- **3. Реагенты, изменяющие степень окисления мешающего иона.**
- **Например, при определении Al^{3+} , для устранения мешающих ионов Cr^{3+} окисляют до CrO_4^{2-} .**
- **4. Реагенты, осаждающие мешающие ионы.**
- **Например, при определении Ca^{2+} , для устранения мешающих ионов Mg^{2+} осаждают в виде гидроксида $\text{Mg}(\text{OH})_2$, но не отделяют.**