

Радіобіологія

Дмитро Ганжа

ПІДГОТОВКА ПРОБ БІОГЕОХІМІЧНОЇ ІНДИКАЦІЇ ДО ХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ

В практиці біогеохімічної індикації, для виявлення забруднення довкілля, до хіміко-аналітичного дослідження, у вигляді проб, потрапляють різні компоненти живої або неживої складової ландшафтів. Фізичні параметри проб – розміри частин (грудок), щільність, вологість, тощо коливаються у широких межах. Доставлена з поля в лабораторію генеральна проба, як правило більша за масою, чим то потрібно для лабораторного дослідження, включає матеріал, який не потрібен для аналізу і який необхідно видалити. Головна задача етапу пробопідготовки – скорочення генеральної проби до мінімальної репрезентативної маси, що дозволяє виконувати хіміко-аналітичне дослідження [1, 2]. Пробопідготовка (доаналітична обробка проб) умовно включає: 1 – відбір від генеральної проби; 2 – виготовлення лабораторної (кінцевої) проби, з якої будуть виготовлені аналітичні препарати; 3 – виготовлення колекційної проби, яка буде зберігатися для ймовірних майбутніх лабораторних досліджень.

Виготовлення лабораторних проб деяких біогеохімічних моніторів.

Обробка всіх проб, крім спеціально обговорених випадків починається з первинного висушування до повітряно-сухого стану за умов близьких до нормальних. В залежності від умов довкілля, де виконано пробовідбір, та задач конкретного дослідження схеми доаналітичної обробки проб можуть змінюватися. Наприклад, зразки моху можуть розділятися за шарами (фотосинтезуючий та відмерлий) або не розділятися; проби рослинності можуть бути піддані промиванню для хіміко-аналітичного визначення інкорпорованих хімічних речовин або ні, якщо визначають поверхневе забруднення і т. ін.

Доаналітична обробка проб кори дерев

Пробу піддати механічному ручному очищенню від інородних тіл (наприклад, моху, лишайників, частинок ґрунту тощо). Подрібнити кору на шматки розміром, приблизно 1 см², вручну або за допомогою спеціальних ножиць. Перемішати, скоротити. Промити збовтуванням. Лабораторну пробу пропорційно висушити.

Доаналітична обробка епіфітних лишайників

Пробу промити збовтуванням. Після цього, підсушити у сушильній шафі до стану, коли слані ще не втрачають еластичності. Якщо матеріал сухий настільки, що слані крихкі, розкласти їх на препарувальному лотку та з пульверизатора обприскати дистильованою водою для незначного зво-

ложення і придання еластичності. Після цього, піддати матеріал механічному ручному очищенню від інородних тіл (наприклад, частинок ґрунту, кори та ін.). Висушити, подрібнити, перемішати, скоротити. Лабораторну пробу пропорційно висушити.

Доаналітична обробка проб листя та глиці

Пробу промити збовтуванням. Висушити. Подрібнити на шматки розміром, менше 1 см², вручну або за допомогою спеціальних ножиць. Перемішати, скоротити. Лабораторну пробу пропорційно висушити.

Доаналітична обробка проб моху

Після пробовідбору, зразки моху прив'ялити, не доводячи до повітряно-сухого стану. Пробу розділити на зелену (фотосинтезуючу) верхню частину та безцвітну або побурілу – відмерлу нижню. Надалі записувати в лабораторному журналі ці проби з додаванням літери “в” для верхнього шару та “н” – для нижнього. Наприклад, проба моху кодована як “п.7.3”. Після розділення, її частини мають кодуватися як “п.7.3н” та “п.7.3в”. У деяких проб моху неможливо виділити відмерлу нижню частину. Такі зразки не розділяються. Після розділення, матеріал висушити до повітряно-сухого стану за умов близьких до нормальних. Після цього, промити досліджувану речовину збовтуванням. Промитий матеріал висушити, подрібнити на шматки розміром, менше 1 см², вручну або за допомогою спеціальних ножиць. Перемішати, скоротити. Лабораторну пробу пропорційно висушити.

Доаналітична обробка проб ґрунту

Пробу (до 20 г.) подрібнити згідно з описаною процедурою. Сенс подрібнення – зменшення грудок ґрунту, але не розтирання мінеральних зерен. Вибрати пінцетом рослинні залишки. Перемішати, скоротити. Лабораторну пробу просіяти (ґрунт) крізь сито з діаметром отворів 1мм [4], матеріал, що залишиться на ситі, подрібнити і ще раз просіяти. Так робити до тих пір, поки на ситі не залишаться тільки крупні мінеральні зерна і уламки породи. Їх відкинути. Лабораторну пробу пропорційно висушити.

Доаналітична обробка проб підстилки

Пробу подрібнити за допомогою спеціальних ножиць та розкатати на фторопластовій підстилці. Розмір шматків має бути менше 1 см. Крупні мінеральні зерна (більше 1 мм) і уламки породи, що можуть траплятися на підстилці – відкинути. Лабораторну пробу пропорційно висушити.

Процедури доаналітичної обробки проб

Визначення розміру мінімальної репрезентативної аналітичної проби [1, 2]. Кількість проби завжди більша, ніж це треба для аналізу. Мінімальну кількість матеріалу для виконання хімічного та радіохімічного аналізу визначають з урахуванням концентрації хімічної речовини або радіоізотопу, що досліджуються, а також методу визначення [3]. Розмір мінімальної репрезентативної аналітичної проби залежить також від нерівномір-

ності розподілу в ній речовини, що цікава для дослідження (критичної речовини) та розміру кусків і частин матеріалу проби. За типом нерівномірності розподілу в пробі критичної речовини проби можна поділити на рівномірні, нерівномірні, вельми нерівномірні вкрай нерівномірні. При аналітичному опробуванні мінімальна надійна маса проби Q (в г-10), що забезпечує її репрезентативність за найбільших кусків або частин матеріалу d (в мм), визначається за формулою скорочення Річардса-Чеччота [2]:

$$Q = Kd^2, \quad (1)$$

де K – емпіричний коефіцієнт пропорційності (від 0,02 до 1).

Можуть бути і інші, більш складні формули, але вони не мають суттєвих переваг перед наведеною [там-же]. Розрахункові значення деяких надійних мас репрезентативних проб наведено в таблиці.

Таблиця 1. Розмір мінімальної репрезентативної маси проби*

Тип проби	K	Маса, г-10			
		Діаметр отвору сита			
		10	5	2,5	1
Рівномірний	0,02	2	05	0,12	0,02
Нерівномірний	0,1	10	2,5	0,6	0,1
Вельми нерівномірний	0,2	20	5	1,2	0,2
	0,5	50	12	3	0,5
Вкрай нерівномірний	1	100	25	6	1

Примітка: * Розмір мінімальної репрезентативної маси проби не може бути меншим, ніж передбачено методикою хіміко-аналітичного дослідження.

Перемішування проб [1]. Виконувати способом кільця та конусу. Проба розкладається кільцем діаметром приблизно вдвічі більшим, ніж діаметр конічної кучі. Потім пластмасовим шпателем, капсуляторкою або совком матеріал перекидається з периферії кільця в центр для утворення конуса, (весь матеріал). Дошкою або дном лотка треба натиснути на центр конуса, щоби сплющити його, а потім шпателем або пластмасовою лінійкою розвернути матеріал в кільце і знову накидати конус. Цю процедуру треба повторити 5-7 разів для якомога ліпшого перемішування проби.

В деяких випадках, коли матеріал проби сипучий та дрібнозернистий, його можна перемішувати способом перекачування. Проба висипається на аркуш чистого паперу, а потім перемішується підніманням паперу за краї.

Скорочення проб [1]. Скорочення проб виконують після перемішування. Матеріал проб, що не йде в аналіз, відділяється для зберігання в колекції як резервна проба (зберігається висушенням до повітряно-сухого стану).

Скорочення проб виконують квартуванням та квадратуванням.

Квартування. Розгорнену в диск пробу ділять пластмасовою лінійкою на чотири квадранта (сектор з центральним кутом 90°). Два протилежних квадранти відкидають, а два, що лишилися, знову квартують. Операцію повторюють до тих пір, поки кількість проби, що лишилася, не буде відповідати мінімальній потрібній для аналізу вазі.

Квадратування. Сенса процедури в тому, що розрівняна в квадрат проба за допомогою лінійки ділиться на квадрати. Потім з квадратів в шаховому порядку, або конвертом, або по діагоналі відбирається мінімальна потрібна для аналізу кількість матеріалу.

Ручне очищення та подрібнення проб. Для очищення використовувати препарувальну голку, скальпель, гумову грушу для здування пилюватих частинок з проби. Під час очищення однієї проби, інші мають знаходитися в закритих пакетах. Очищення та подрібнення проб виконувати в емальованому або пластмасовому лотку. Для подрібнення проб розкатуванням краще використовувати фторопластову плиту та фторопластовий валик. Для подрібнення проб розтиранням, використовувати яшмову, агатову або кварцову ступку. Під час розтирання, ступка має бути заповнена матеріалом, що обробляється не більше, ніж на третину. Після очищення або подрібнення кожної наступної проби, інструмент (лоток, ступка, та ін.) треба промити дистильованою водою, протерти зволоженим в спирті тампоном та висушити, також очистити від забруднення робочий стіл та інструмент. Існує небезпека забруднення проб матеріалом, з якого зроблено препарувальний інструмент [4]. Металевий інструмент, що використовується для очищення та подрібнення проб, має бути виконано з нержавіючої сталі, бажано, щоб він був покритий нітридом титану. Для очищення і подрібнення проб, для аналізу вмісту радіоактивних речовин можна користуватися фарфоровими [3] та металевими інструментами без спеціального покриття, позаяк зараження мікроелементами проб, під час їх обробки можна зневажити.

Промивання збовтуванням. Відібрану речовину занурити у поліетиленову банку з дистильованою водою, щільно закрити та піддати 40-секундному різкому збовтуванню. Після цього матеріал висипати у лійку Бюхнера та тричі промити під душем з дистильованої води.

Висушування після промивання. Промитий матеріал віджати збовтуванням у накритій лійці Бюхнера або промокнути фільтрувальним папером. Коли промитий матеріал доведено до такого стану, щоб з нього не стікали краплі вологи, перенести його у чашку Петрі вистелену фільтрувальним папером, накрити зверху фільтрувальним папером, помістити в сушильну шафу та сушити при $t = 50^{\circ}\text{C}$ 35 – 40 годин.

Пропорційне висушування. Ця процедура виконується безпосередньо перед мінералізацією лабораторної проби. Після висушування (сушити при $t = 50^{\circ}\text{C}$ 35 – 40 годин) досліджуваний матеріал розділити на дві пропорційні частини. Одну частину зважити та відправити на мінералізацію (результат зважування записати в лабораторний журнал, як першу

вагу проби призначеної для мінералізації). Іншу частину зважити (результат зважування записати в лабораторний журнал, як першу вагу проби призначеної для досушування) та досушити при $t = 105^{\circ}\text{C}$ до постійної ваги. Після досягнення постійної ваги, пробу перенести в ексікатор, закрити та тримати до тих пір, поки вистигне до кімнатної температури. Зважити після досушування (результат зважування записати в лабораторний журнал, як другу вагу проби призначеної для досушування) результат зважування використати для подальшого розрахунку ваги абсолютно сухої проби, що мінералізувалася. Розрахунок виконувати за рівнянням:

$$x = \frac{bc}{a}, \quad (2)$$

де a – результат першого зважування проби призначеної для досушування; b – результат першого зважування проби призначеної для мінералізації; c – результат другого зважування проби призначеної для досушування.

Визначення чи досягнула проба постійної ваги. Висушувати пробу, періодично, через 10 – 20 годин сушення, треба виймати з сушильної шафи, остиджувати та важити (результати зважування – записувати в лабораторний журнал), потім повертати в сушильну шафу для подальшого висушування. Після того, як протягом трьох зважувань підряд вага проби не буде зменшуватися, її можна вважати висушеною до постійної ваги.

Зберігання проб. Висушені до повітряно-сухого стану проби треба зберігати закритими в поліетиленових пакетах, скляних банках, пакетах з воскового паперу. Тара, що використовується для зберігання колекції, може забруднювати зразки. Так, зберігання в крафт-папері призводить до забруднення бором. Поліетилен високого тиску може бути забруднено цинком або кадмієм; різні види скотчу можуть бути забруднені хромом, молібденом, свинцем, міддю; гумові корки – цинком [4].

1. Анализ минерального сырья / Под общ. ред. Ю.Н. Книпович, Ю.В. Морачевского. – Л.: Ленгосхимиздат, 1959. – 1056 с.
2. Методические основы исследования химического состава горных пород, руд и минералов / Под ред. Г.В. Остроумова. – М.: Недра, 1979. – 400 с.
3. Методические рекомендации по санитарному контролю за содержанием радиоактивных веществ в объектах внешней среды / Под общ. ред. А.Н. Мареев, А.С. Зыковой. – М., 1980. – 337 с.
4. Практикум по агрохимии / Под ред. В.Г. Минеева. – М.: Изд-во МГУ, 1989. – 304 с.

Dmytro Ganzha

THE BIOGEOCHEMICAL SAMPLES PREPARATION TO THE CHEMICAL ANALYSIS

In biogeochemical indication of pollution of an environment, for research chemical, as sample, the different components of landscapes are used. The general sample physical parameters are – sizes of particles, density, humidity, etc. change over a wide range. The procedures of preparation of assays to the chemical analysis are considered. The examples of the circuits of manufacturing of assay samples of bark of trees, epiphytic lichens, needles and leaves of trees, forest floor, glue, and soil are given.