

在加入系统前样品的准备是很重要的，测量中遇到的一多半问题是由样品准备不充分引起的，如果样品结块、溶解、浮在表面或没得到典型样品，结果就会出现错误。有许多有效的方法来确保样品充分准备。一旦找到了合适的分散技术，那么就要规范程序（用 **SOP**），以便对两种样品进行比较。

本章主要提供关于湿法测量和干法测量样品准备的信息。

典型抽样

测量提取样品时，要确保使用的样品是有代表性的。如果是从瓶子或容器中提取的样品，必须保证样品是充分混匀的，如果样品是粉状，大颗粒易浮于容器表面，小颗粒易沉于底部。大多数样品都会有一些大颗粒，还会有一些小颗粒，但是大多数在两个极端中间，从容器表面提取样品，测量的大多是大颗粒，如果和从容器中间提取的样品来对比测量，结果会明显不同。如果样品储存在容器中，测量前样品应充分混合。不要摇晃容器，这样会加速颗粒分离。相反，用两只手握着容器，轻轻滚转，不停更换方向 **20** 秒，当容器是半满时，这种方法会更好。如果在样品中颗粒分布比较宽，那么典型抽样会很困难。如果问题得不到解决，那么就借助一个“旋转分样器”。分样器含有将样品振入槽的振动器，振动样品使大颗粒首先分离并先入槽，在槽尾是均衡样本的一套锅式混合器，当所有样品经过斜槽时，每个锅中都收集有一种典型样品。

液体样品存在容器中也可能被分离，大颗粒沉入底部。提取典型样品应将样品充分混合。对于液体样品，样品分离器或取样器仍是有效的。应当注意磁性搅拌器混合液体样品时，由于离心分离，大颗粒易移到容器外面，这易导致样品偏差。干样品应注意的问题

首次测量样品的第一步就是决定在湿状态下还是在干状态下分析样品。这是由最终使用什么样品来决定的。如果以干燥形势来使用或储存样品，用干燥分析方法较好。

一些样品易和湿分散剂起反应，比如可能溶解或和液体接触时膨胀，所以只能在干燥状态下测量。

另一考虑问题就是物质在干燥状态能否自由流动，良好的表现为不粘连干燥粉状样品，可以在进料器中充分分解，而高粘性物质却易粘结，使测量出现偏差。

样品结块只需要在烘箱中干燥一下即可。但精细的物质在烘箱中干燥时，样品会受到破坏，为了去潮，应将烘箱调到最高温度，但不要高于样品熔点。

如果烘箱对样品有明显影响，可用干燥器。没有在空中受潮的新样品是很好用的，常有很好的效果。吸潮样品需传送一段距离，如果可行，应将样品尽快封装入外带有硅胶袋子的管子中。

湿样品应注意的问题

以上考虑的问题是分析干燥样品，在湿状态下分析样品时更应小心，因为有更多选择，这一章的后面部分是湿样品准备时应注意的问题。

分散剂的选择和准备

第一个选择是测量湿样品时对悬浮介质（分散剂）的选择。初次分析样品时最好预先检查分散情况，将选择好的分散剂（初期测量通常用水）加入装有少许样品的烧杯中并观察结果。样品可能溶解，这可以观察到，如果不确定，可以对样品进行分析并观察遮光度，如果观察到遮光度降低，说明样品正在溶解。如果分散剂自身含有杂质或颗粒，这是值得注意的，在使用前用内嵌式导管过滤器（用于少量）或可多次使用的注射器过滤分散剂。这种方法过滤 1 微米通常是足够的，0.22 微米是普遍使用的理想的粒度。

如果分散剂是加压或低温储藏，在使用前要考虑排气。减压或加温都会降低气体的溶解性，因而会引起气泡在管内和样品池内的生成。测量样品时气泡作为颗粒计算会使结果产生偏差，尤其在总干线给水时，这更是个特殊的问题。最简单的解决方法是在使用前将分散剂在室温或常压下储存几小时脱气。这一章后面有关于气泡部分。需指出的是，在较暖环境中使用冷分散剂能使样品池窗外部表面的凝结增大，因为系统与主水源垂直相联，所以一个小储水箱就可以解决这个问题，用之前将水过滤；另一种方法是加热分散剂（对于水标准是 60~80℃），并在用前使它冷却。

警示：

对于可挥发性分散剂不能通过加热分散剂来去除气体，不要使分散剂达到沸点；在以水为基础的系统中出现缩聚问题时，将热水加入样品池来解决，由凝结引起的遮光度升高将会消失。当分析悬浮在液体分散剂内的颗粒时，最重要的是确定使用何种液体，这种分散剂可以是任何透明的光学性质均衡的液体（633nm 波长）。这种液体不会与样品发生反应而改变样品的粒度。很显然，都希望使用最安全、成本最低、效率最高的分散剂，在一种介质中出现的问题（例如溶解）的颗粒，在另一种介质中可能特别适合。一旦遇到在分散剂中难以分散的情形，请考虑选择另外一种分散剂，

一些有机分散剂的成本高，可能会限制人们将其用于 Hydro 2000S，一般仅使用 150ml 的分散剂。测量后安全处理样品的问题也必须考虑，遵照当地政策并采用正确的程序来处理样品和分散剂，大多地方法规都禁止危险的样品和分散剂排放到水域中去。

表面活性剂和混合剂

当遇到像样品飘浮在分散剂表面这样的问题时，加入表面活性剂和混合剂是有用的，下一部分简要地解释这种添加物的用处。

表面活性剂

添加表面活性剂可帮助样品准备，表面活性剂可以转移掉作用于样品使样品浮于表面或结团的电荷效应。

用少量添加法来添加活化剂，标准是每升一滴。如果加入太多，搅拌或抽取样品时会产生泡沫，在系统中泡沫可能被看作颗粒，这会影响测试结果。用防泡沫试剂来防止产生泡沫，但由于它们可能含有微粒，在背景测量前应将它们加入分剂中。在一定量样品和分散剂中加入一滴表面活性剂，在小烧杯中混合。

如果样品结块沉入烧杯底，清除样品重新开始，再试一次。在干燥试管中添加样品，加入一滴表面活性剂，充分混合成膏状，加入分散剂，充分混合，避免先加入分散剂引起的结块。

混合剂

混合剂通过改变分散剂自身的特性来帮助分散，应加入大量的混合剂，标准是 1g/L,常用的混合剂有：

Sodium Hexametaphosphate （例 Calgon）

Sodium pyrophosphate

Trisodium phosphate

Ammonia

Sodium Oxalate

Calcium chloride

由于许多是溶解在分散剂中的固体材料，在准备去除杂质后要将其过滤。

浆料（slurries）

在加入分散槽之前，将少量的浓缩样品、分散剂和添加剂混合称为准备浆料。一旦颗粒成功分散为浆料，样品可添加到分散槽，不需要进一步添加活化剂等。在烧杯中解决样品沉淀问题用滴管不停地搅拌样品即可，在搅拌的同时可以不断地填充和排放，用滴管将样品加入分散槽（**(tank)**）。

超声波使用

除了上述过程外，无论是否含有表面活性剂都可以用超声波来帮助分散。在悬浮介质中混合样品时，可以用肉眼观察是否需要超声波。如果烧杯底部有大量颗粒结块，将浆料和他的烧杯放入超声波槽里分散两分钟，效果会非常明显。如果需要，当样品加入槽中时也可以使用超声波，这将阻止重新结块，但常常没有必要这样做。