

# 3. Gaia. LAGINKETA ETA AURRETRATAMENDUA

## Aurkibidea

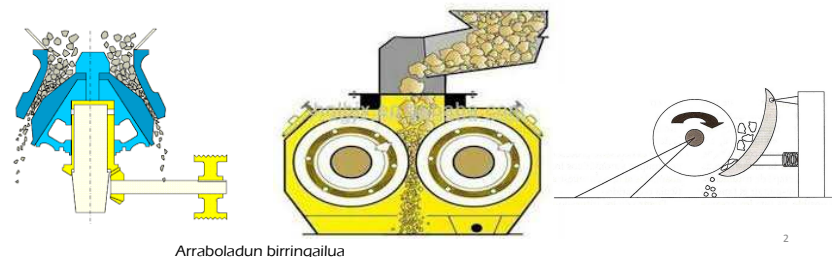
1. Sarrera
2. Laginketaren alderdi estatistikoa
3. Laginketarako estrategiak
4. Laginaren biltze-prozedurak
  - a. Solidoak
  - b. Likidoak
  - c. Gasak
5. Laginaren aurretratamendua
6. Laginaren prestaketa

1

1. Sarrera	2. Laginketaren alderdi estatistikoa	3. Laginketaren estrategiak	4. Laginketaren biltze-prozedurak	5. Laginaren aurretratamendua	6. Laginaren prestaketa
------------	--------------------------------------	-----------------------------	-----------------------------------	-------------------------------	-------------------------

## Homogeneizazioa

- Beharrezkoa analisia egin aurretik, lagin solidoen kasuan bereziki.
- Lagina xehatu eta ondo nahastean datza.
- Laginaren gogortasunaren arabera aukera ezberdinak.
- Lagin kantitatea handia den kasuetan (1-2 kg edo 2-10 L) beharrezkoa izan daiteke lagina murriztea (laborategian g edo mL-ak nahiko dira).



2

1. Sarrera	2. Laginketaren alderdi estatistikoa	3. Laginketaren estrategiak	4. Laginketaren biltze-prozedurak	5. Lagina aurretratamendua	6. Laginaren prestaketa
------------	--------------------------------------	-----------------------------	-----------------------------------	----------------------------	-------------------------

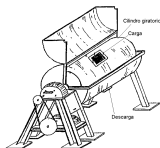
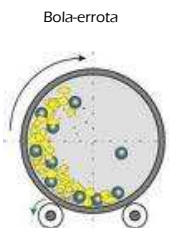
## Homogeneizazioa

### Solido ehotu, xehatu edo birrindu

- Lagin homogeneoagoak eta azpi-laginketa errazagoa
- Disolbatzeko errazagoak
- Itxura fisiko desberdinetan presta daitezke
- Mortairuak eta boladun errotak
- Temperatura baxuetan analito lurrunkorren galerak saihestu



Esku-almaiza edo mortairuak



3

1. Sarrera	2. Laginketaren alderdi estatistikoa	3. Laginketaren estrategiak	4. Laginketaren biltze-prozedurak	5. Lagina aurretratamendua	6. Laginaren prestaketa
------------	--------------------------------------	-----------------------------	-----------------------------------	----------------------------	-------------------------

## Homogeneizazioa

### Solido bahetzea.

- tamainaren araberako banaketa
- grabitatez edo mekanikoki galbahe ezberdinetatik pasa arazi



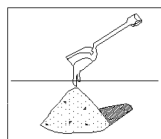
baheak

4

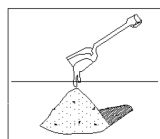
## Azpi-laginak

## Solidoaren tamaina txikiagotzea.

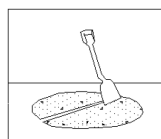
eskuz



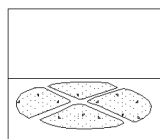
MUESTRA EN FORMA DE CONO  
SOBRE UNA SUPERFICIE LIMPIA  
Y SECA



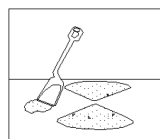
MEZCLADO PARA FORMAR UN  
NUEVO CONO



CUARTEO DESPUÉS DEL  
APLANAMIENTO DEL CONO



MUESTRA DIVIDIDA EN CUATRO  
PARTES



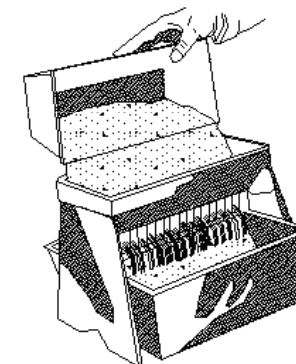
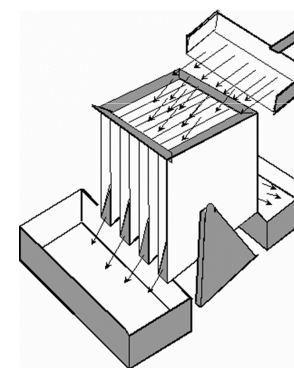
MANTENER CUARTOS OPUESTOS,  
RETIRAR LOS OTROS DOS CUARTOS

Arazoak sortzen dira, partikulak ez direlako homogeneoak.

5

## Azpi-laginak

## Solidoaren tamaina txikiagotzea.

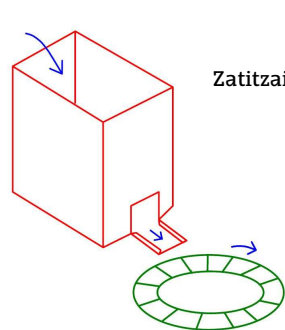


Banataile mekanikoa, bi kubeta dituzte albo bakoitzean, bi azpi lagin antzekoak lortuz

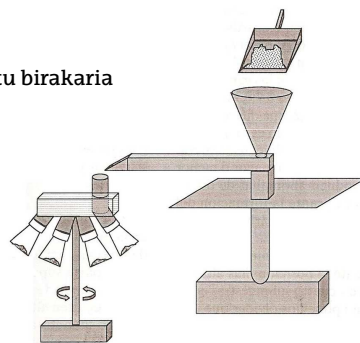
6

## Azpi-laginak

## Solidoaren tamaina txikiagotzea.



Zatitzaile jarraitu birakaria



Ekipamendu-mota hauek lagina modu kontrolatu eta erreproduzigarriagoan banatzea lortzen dituzte. Lagina goialdean jartzen da eta inbutu moduko batetik gehituz, bibrazioaren bitartez lagina behetik irteten da. Bertan karrusel bat dago azpi-laginak baliokideak lortzeko.

7

## Garbiketa

Beirazko tresnerietatik hondar solidoak kentzeko xaboiarekin edo detergentearekin garbitu (ez da nahitaezkoa).

✓ Ontziak azidotan (%10-eko azido nitrikotan izaten da erabiliena) utzi behar dira 24 h gutxienez.

✓ Ur distilatuarekin garbitu behar dira ontziak. Beste bi aldiz gehiago garbitu behar dira ur distilatuarekin.

Beirazko tresnerietatik konposatu organikoak kentzeko nahaste sendoagoak behar dira.

✓ Gantzak edo antzeko konposatuak badira, etanoletan disolbatu-rik NaOH-a edo KOH-a da erabiliena.

✓ Nahaste kromikoa erabiltzen da ( $K_2Cr_2O_7$ -a,  $H_2SO_4$  an disolbatua).

Bi prozedura horiek erabili eta gero oso ongi garbitu behar dira ontziak, batez ere kromoaren aztarnak eliminatzeko.

8

## Lehorketa

Lagina lehortzea beharrezkoa da kasu askotan, hezetasuna kaltegarria baita normalean.

Lehortzeko prozedurak:

- Labean. Lagina erloju-beira batean ipini 100-120 °C-tan
- Liofilizazioa: presio baxuan eta temperatura hotzean
- Kiskaltzea: 300-1000°C → mineralak lehortzeko



Lehorgailuak



liofilizadorea



Fruta liofilizatua



Mufila

## Biltegitratzea

Laginak babesteko metodoek helburu hauek bete behar dituzte:

1. Eragin biologikoak atzeratzea.
2. Konposatu kimikoen hidrolisia atzeratzea.
3. Osagaien lurrunkortasuna gutxitzea.
4. Adsortzioren ondorioak gutxitzea.

Erabiltzen diren baliabideak hauexek dira:

1. pH-aren kontrola.
2. Konposatu kimiko lagungarrien gehitzea.
3. Argiaren kontrola.
4. Hoztea (+4°C) edo Izozea (-20°C).
5. Hezetasunaren kontrola. Lagin higroskopikoak.



## Biltegitratzea

## Lagin analitikoetarako biltegitratze baldintzak

Baldintzak	Lagin egokiak	Lagin ez-egokiak
<b>Izozea (-20°C)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Entzima-jardueran handiko laginak (Adb. gibela)</li> <li>▪ Analito ez-egonkorak</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fruitu eta barazki freskoak</li> <li>• Desiozoketa ondoren likidotzen diren laginak</li> </ul>
<b>Hoztea (+4°C)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lurrak, mineralak</li> <li>• Fruitu eta barazki freskoak</li> <li>• Lagin akuosoak</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Jarduera biologikoa dituzten laginak</li> </ul>
<b>Giro tenperatura</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lagin lehorra edo hautsak edo pikortuak</li> <li>• Mineralak</li> <li>• Analito egonkorak</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Jaki freskoak</li> <li>• Fluido biologikoa</li> </ul>
<b>lehorgailua</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lagin higroskopikoak</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lagin oso higroskopikoak, lehorgarriak baina gehiago direnak</li> </ul>

## Ontziak

Ontzi egokiak aukeratu behar dira laginak bere konposizio mantendu dezaten. Galerak ekidin, inerteak izan eta ondo garbituak eta etiketatuak egon behar dira.

## Polimeroak



polietileno

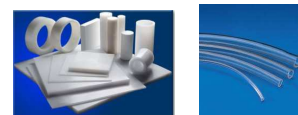
## Metalikoak



Altzairu herdoilgaitza

platinoa

## Zeramikoak



Tefloia

PVC



Silika-beira (Kuartzoa)



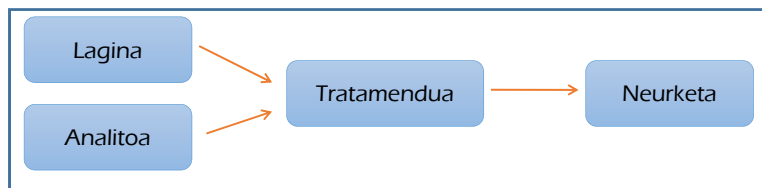
Borosilikatua (kristala)



portzelana

Laginaren prestaketan, ondoko bost baldintzak bete behar dira:

1. Laginaren prestatze-lanak analitoak galdu gabe eraman behar dira aurrera.
2. Lagina eta analitoa egokitu behar ditu determinazio-metodoari dagokion egoera fisikoaren edo itxura kimikoaren arabera.
3. Laginaren prestatze-lanak matrizearen hainbat interferitzaileen eragina saihestu behar du.
4. Laginaren prestatze-lanak ez du interferentzi berririk ekarri behar.
5. Laginaren prestatze-lanak analitoen aurrekontzentrazioa edo diluzioa ekarriko du.



13

Laginaren prestaketa egiteko erosoena lagina disoluzioan egotea da. Disoluzioak homogeneoak eta erabiltzeko errazak direlako, Horregatik, laginaren prestaketan oso garrantzitsua da lagina likidoa izatea.

Lagin solidoak, batzuk uretan edo disoluzio azido edo alkalinoetan errez disolbatzen dira baina badaude beste batzuk erreaktibo bortitzak eta tratamendu gogorrak behar dituztela mineralizatzeko.

Lagin likidoak, prestaketa erreza dute, iragazi edo zentrifugatu solidoak eliminatzeko.

Mineralizatu, materia organikoa dagoenean

Hemen gertatzen dira errore handienak, automatizatzea zaila da eta askotan, analisisan sortzen dira ziurgabetasun handienak

14

## Laginaren disolbaketa:

### o Uretan.

- Lagina gatz disolbagarrik baldin baditu.
- Disolbaketa mantsoa bada, berotu beharra.



### o Erreaktibo urtagarriak

Lagina, hauts moduan, gatz alkalino batekin nahastu, portzelanazko arrago batean. Gatz lagina baino 10 aldiz gehiago egon behar da.

Nahastea berotzen da urtagarria urtu arte, gero denbora batez eduki, lagina deskonposatu arte, honela gatz disolbagarrietan bihurtzen da.

Hozten utzi ondoren, uretan edo azido diluitu batean disolbatu.

Izan daitezke:

- Alkalinoak: Silikato eta fosfatoekin,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1000-1200 °C egiten da lan.
- Azidoak, burdina mineraletan eta oxido metalikoekin erabiltzen da

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ , 400°C egiten da lan.

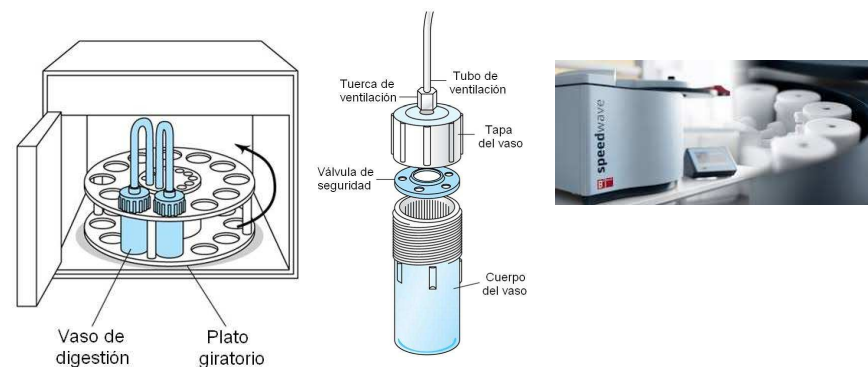
- Oxidatzaileak, orokorrean sulfuro eta aleazioekin,  $\text{Na}_2\text{O}_2$



15

### o Mikrouhin-labea

Solidoak deskonposatu eta disolbatu egiten dira. Presio eta temperatu altuak erabiltzen dira eta minutu gutxi batzuetan.



16

- o **Azido sendoak.**

Laginari azido pixka bat gehitu eta plaka batean berotu disolbatu arte.

- o **HCl kontzentratua**

- ✓ Disolbatzaile egokia lagin ezorganikoak disolbatzeko.
- ✓ Ia oxido metaliko guztiak disolbatzen ditu.

- o **HNO<sub>3</sub> kontzentratua**

- ✓ Oxidatzaile sendoa. Metal arrunta gehienak disolbatzen ditu, aluminio eta kromoa ezik "pasibatu" egiten dituelako, hau da, bere gainazalean oxido bat eratzen du eta disolbaezina bihurtzen da
- ✓ Nitrato anioia (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) kontzentratu eta berotan oso oxidatzaile ona da eta NO<sub>2</sub>ra erreduzitzen da.
- ✓ Konposatu organikoak disolbatzeko askotan erabiltzen da CO<sub>2</sub> a bihurtzen duena

17

- o **H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kontzentratua**

- ✓ Erreaktibo oso bortitza, ur gutxi (%98) eta irakite temperatura oso altua (340°C) dituelako.
- ✓ Oso erabilgarria materia organikoa disolbatzeko.

- o **HClO<sub>4</sub> kontzentratua**

- ✓ Oxidatzaile oso sendoa. Burdin aleazio batzuk eta altzairu herdoilgaitza erasotzen du aurretik beste azido batez tratatu eta gero.
- ✓ Izaera lehergarria du
  - ✓ Kontzentratua eta hotzetan; eta diluitua eta berotan ez ordea.
  - ✓ Kontzentratua eta berotan, leherketa bortitzak ditu materia organikoarekin kontaktuan Jartzekoan
  - ✓ Berotu behar da ontzi berezietan, edo beiraz edo altzairu herdoilgaitza estalita dauden ontzietan

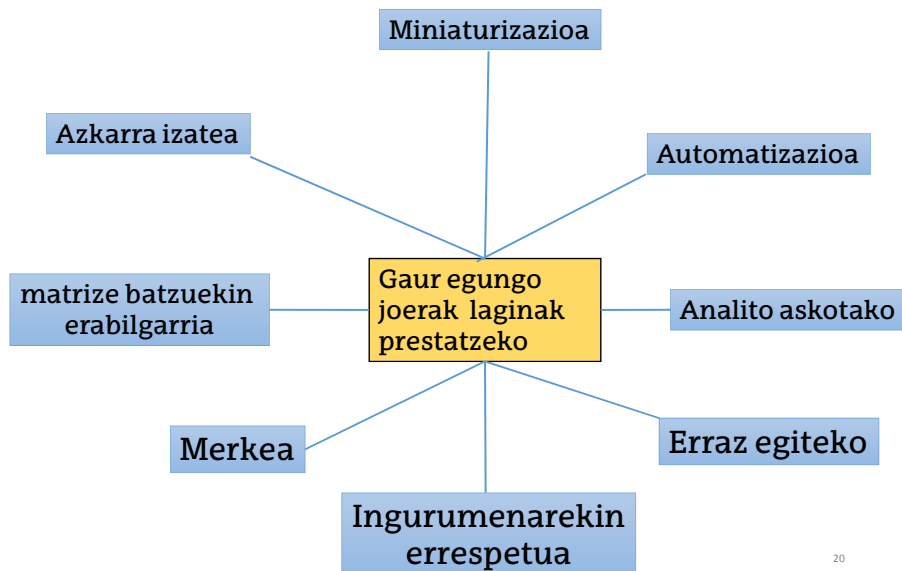
18

- o **HF**

- ✓ Azido ahula da baina berezia.
- ✓ Silikatozko haitzak eta mineralak disolbatzen ditu.
- ✓ Beraz, ontziak tefloi edo plastikozkoak izan behar dute.
- ✓ Lesio larri eta mingarriak eragiten ditu azalean, batzuetan hainbat ordu pasa ondorenager daitezke lesio horiek



19



20

## BIBLIOGRAFIA

---

- Daniel. C. Harris "Química Analítica Cuantitativa" 3º ed. Kap. 29.
- C. Cámara. P. Fernández, A. Martín-Esteban, C. Pérez-Conde, M. Vidal " Toma y tratamiento de muestras" Editorial Síntesis

