

# Interreg-IPA Program prekogranične saradnje Rumunija-Srbija

## Radionica br. 7

### Formiranje mreže za unapređenje zaštite životne sredine od zagađivača u rudarskim prekograničnim oblastima

Bor, Institut za rudarstvo i metalurgiju Bor

03. septembar 2020.

---

# Mikrotalasna digestija uzoraka zemljišta sa biljkama iz Rumunije

**PREDAVAČ :**

Tamara Urošević

- U okviru Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, postoji više laboratorija, koje su akreditovane od strane akreditacionog tela Srbije, kako za uzorkovanje zemljišta, tako i za hemijsku analizu istog.
- Laboratorije IRM-a su opremljene savremenom opremom. Prisutni su instrumenti za određivanje visokih i niskih sadržaja metala, kao i instrumenti pomoću kojih se vrši digestija uzoraka.

## **MIROTALASNA DIGESTIJA**

- Mikrotalasna digestija je automatizovana metoda namenjena pripremi najrazličitijih tipova uzoraka za instrumentalnu analizu. Mogu se tretirati uzorci hrane, životne sredine, mulj, ugalj i pepeo, metalne i sintetičke materije, biološki uzorci, botanički, geološki, kao i klinički uzorci.

- Priprema uzoraka je kritičan korak u svakom analitičkom postupku.
- Priprema uzoraka podrazumeva dekompoziciju i rastvaranje organskih i neorganskih uzoraka, u zatvorenim ili otvorenim sistemima primenom termalne ili energije zračenja (UV ili mikrotalasa).
- Za pripremu uzoraka koriste se dve tehnike:
  - Suvo spaljivanje i mokra digestija
- U našoj laboratoriji se primenjuje mokra digestija (standard po kome se vrši digestija je **EPA 3052**).

## Mokra digestija

- Mokra digestija uzoraka je metod za prevođenje komponenata iz kompleksnog matriksa u jednostavne hemijske forme.
- Digestija se izvodi dovođenjem energije kao što je toplota; primenom hemijskih reagenasa kao što su kiseline; ili kombinacijom ova dva metoda.
- Priroda reagensa koji se koriste zavisi od matriksa uzorka.
- Za digestiju se najčešće koriste kombinacije oksidujućih agenasa ( $\text{HNO}_3$ , topla  $\text{HClO}_4$ , topla  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) i ne-oksidujućih kiselina ( $\text{HCl}$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , razblažena  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , razblažena  $\text{HClO}_4$ ).
- Prednost mokre digestije je što je efikasna i za neorganske i za organske materijale.
- Često dolazi do potpunog razaranja matriksa uzorka što pomaže u redukovanju ili eliminisanju nekih vrsta interferenci.

## **Mikrotalasno zagrevanje**

- Mnogo efikasnije i brže od konvencionalnog zagrevanja (konvencionalni izvori zagrevanja: Bunsenov plamenik, električni rešoi, peščana kupatiila, itd.) – zagrevanje se vrši unutar uzorka.
- Moguća automatizacija postupka.
- Primenom mikrotalasa poboljšana je efikasnost i brzina digestije za uzorke koji se teško solubilizuju.
- Može doći do gubitaka žive i organometalnih jedinjenja (koja sadrže arsen, antimon).
- Dodatak sumporne kiseline je esencijalan u cilju postizanja visoke temperature digestije pri atmosferskom pritisku.

## Zatvoreni sistemi

- Digestija je izolovana od laboratorijske atmosfere.
- Digestija se izvodi pod sinergističkim efektima povišene temperature i pritiska.
- Ove tehnike su generalno efikasnije od digestije u otvorenom sistemu.
- Izbegnut je gubitak volatilnih komponenti.
- Zatvoreni sistemi su pogodni za pripremu elemenata koji se nalaze u tragovima.
- Ove metode se mogu podeliti u dve grupe:
  1. Digestija pri niskom pritisku (< 20 bar) – maksimalna temperatura 180°C
  2. Digestija pri visokom pritisku (> 70 bar) – maksimalna temperatura 300°C



## **Mikrotalasno zagrevanje (mikrotalasno – podpomognuta mokra digestija pod pritiskom)**

- Smatra se jednim od najboljih rešenja digestione tehnologije za primenu u “čistoj hemiji”.
- Kivete za uzorke su izrađene od teflona ili drugog jakog materijala koji je transparentan za mikrotalasne zrake.
- Praktična radna temperatura je do 260°C (tačka omekšavanja teflona) i pritisak od 60 – 100 bara.
- Ovaj sistem je idealan za uzorke koji se rastvaraju u HNO<sub>3</sub> i/ili HCl.
- Nije pogodan za uzorke za koje je potrebno koristiti H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, kao što su naftni produkti (330°C).
- Mikrotalasi zagrevaju samo tečnu fazu dok para ne apsorbuje mikrotalasnu energiju.
- Ova termalna ne ravnoteža je ključna prednost tehnologije, pošto se visoke temperature mogu postići pri relativno niskom pritisku.



Slika 1. Ethos 1, Milestone, mikrotalasna pećnica



Slika 2. Priprema uzoraka nakon završene digestije

**Hvala na pažnji.**