



AUTORE

Dr. Tanja Butt



Product Manager

Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
42781 Haan, Germany

Phone: +49 (0) 2104/2333-100
E-Mail: t.butt@retsch.com

www.retsch.com

Una corretta ripartizione del campione per risultati analitici altamente riproducibili e rappresentativi

Spesso, a seguito di un controllo qualità di routine, è necessario interrompere un particolare processo produttivo poiché i risultati dell'analisi non soddisfano i relativi valori critici. Ma il prodotto analizzato si discosta davvero dalle specifiche richieste? Nonostante il campione in questione venga testato più volte, il risultato è confermato. La domanda che sorge spontanea è: "perché il prodotto non corrisponde alle specifiche, sebbene i parametri di produzione non sono stati modificati in alcun modo?"



Figura 1: piramide degli errori per l'analisi del campione. Solo una minima parte delle fonti di errore effettive viene percepita durante l'analisi del campione

La possibilità che il prodotto testato sia effettivamente non conforme non può essere esclusa a priori. Tuttavia, spesso non è il prodotto stesso a causare risultati d'analisi discordanti, ma bensì, una mancata identificazione dei passaggi che precedono l'analisi. La campionatura e la preparazione del campione vengono infatti eseguite in modo tradizionale, tanto da essere diventate una routine nel corso degli anni e non più considerate come un fattore condizionante sulle successive analisi. Di seguito affronteremo tali domande con la finalità di effettuare un campionamento perfetto, riproducibile e rappresentativo, così da evitare inutili interruzioni produttive.

Gestione dei campioni – Campionamento

In generale, più un campione è eterogeneo, più importante e corretto dev'essere il metodo di campionatura e di preparazione del campione. La dimensione e le proprietà delle particelle influiscono sulla quantità e le caratteristiche del campione. Basti pensare che un cumulo di sabbia è costituito da una miscela di pietre più grandi e da granelli di sabbia più piccoli con una diversa distribuzione d'umidità. Poiché il campione deve essere rappresentativo dell'intero, i campioni devono essere prelevati da diversi punti per garantire una corretta distribuzione nel suo insieme.



Fig. 2: Campionamento di un cumulo di sabbia

Preparazione del Campione

Se si preleva un campione rappresentativo, esso avrà le stesse proprietà del materiale iniziale. Esistono due modi per ottenere un campione rappresentativo: la divisione/ripartizione del campione e la macinazione. La ripartizione del campione serve per ridurre il volume del campione da analizzare, mentre la macinazione lo rende estremamente omogeneo. Un campione rappresentativo può anche essere ottenuto combinando entrambi i metodi, tenendo conto sia delle proprietà del prodotto che di ciò che necessita la successiva analisi. Bisogna però fare attenzione che le proprietà del campione non vengano alterate dal processo di preparazione.

Ripartizione del Campione

È possibile che le proprietà del campione siano distribuite così eterogeneamente che sia quasi impossibile effettuare un'estrazione casuale del campione assicurandone la rappresentatività. Per poterla garantire è necessario utilizzare dei ripartitori di campione (a cono, sample splitter o i ripartitori rotanti automatici).



Fig. 3: Principi di funzionamento del Sample Splitter (a sinistra), di un ripartitore di campioni rotante (al centro) e di un ripartitore a tubo rotante (a destra)

Il **sample splitter** (fig. 3, a sinistra) è dotato di più scanalature di uguali dimensioni con uscite alternate a destra e a sinistra. Poiché tutte le scanalature hanno le stesse dimensioni ed ogni lato ha lo stesso numero di uscite, il campione viene diviso in due parti uguali.

In un **ripartitore di campioni rotante** come il **PT 100 di RETSCH**, il campione viene inserito nella tramoggia e dosato automaticamente tramite un dosatore vibrante nella testa di divisione che ruota a velocità costante (fig. 3, al centro). Grazie a questo strumento è possibile ottenere 6, 8 o 10 sotto-campioni perfettamente uguali, a seconda del numero di uscite. Dopo la divisione, è possibile in caso unire diversi sotto-campioni. Per quantità di campione maggiori, sono disponibili i divisori RETSCH PT 300 (≤ 30 L) o PT 600 (≤ 60 L).

Il principio di un **ripartitore a tubo rotante** come il **PT 200 di RETSCH** invece, permette di ottenere al massimo 3 aliquote di campione con la possibilità però di eseguire un campionamento di elevata qualità su batch fino a 30 lt. Questo metodo viene utilizzato dunque per estrarre da 1 a 3 sotto-campioni dall'intero e non per dividerlo.

Conclusioni

Il Sample Splitter, nonostante la sua semplicità, fornisce risultati migliori in quanto il processo di divisione viene eseguito da uno strumento. Tuttavia, il fatto che il campione sia caricato manualmente nel ripartitore, rappresenta comunque una potenziale fonte di errore. Nei ripartitori di campione rotanti e nei ripartitori a tubo rotante, l'alimentazione del campione e la divisione stessa sono automatizzate. Se la divisione viene eseguita con parametri fissi (velocità di rotazione, velocità di alimentazione), il campione e quindi le sue proprietà vengono distribuite uniformemente nelle bottiglie o nei ricettacoli di raccolta ed i sotto-campioni possono quindi definirsi con precisione analitica RAPPRESENTATIVI!

Se la ripartizione viene ripetuta con gli stessi parametri, essa fornisce risultati comparabili in modo che anche l'analisi sia di conseguenza riproducibile. Tutti i metodi di ripartizione descritti finora sono in grado di fornire risultati migliori rispetto alla ripartizione manuale / casuale del campione (figura 4).

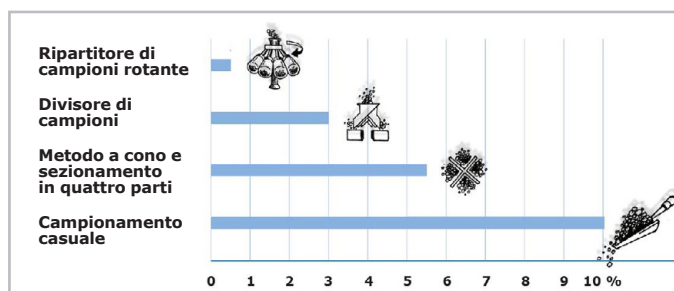


Fig. 4: La riproducibilità dei risultati dell'analisi aumenta con un sotto-campione rappresentativo. I metodi di ripartizione automatici riducono la probabilità di errori casuali aumentando la rappresentatività di un sotto-campione.

Per dimostrare l'incidenza di una corretta ripartizione del campione sui risultati analitici, la sabbia è stata divisa sia manualmente (in modo casuale), che utilizzando un PT 100 (fig. 5). Successivamente, sono stati analizzati 4 sotto-campioni per determinarne la distribuzione granulometrica. Mentre le curve di distribuzione granulometrica dei sotto-campioni prelevati casualmente sono una diversa dall'altra, quelli ottenuti con una ripartizione automatica mostrano risultati quasi identici.

Per ottenere analisi rappresentative ed altamente riproducibili sono necessari un'accurata ripartizione e successivamente un altrettanto accurata preparazione del campione. Solo un campione rappresentativo del materiale iniziale può fornire risultati significativi. I ripartitori rotanti automatici sono di fatto l'unica soluzione disponibile sul mercato in grado di garantire una reale rappresentatività del campione e di conseguenza riproducibilità nelle analisi.

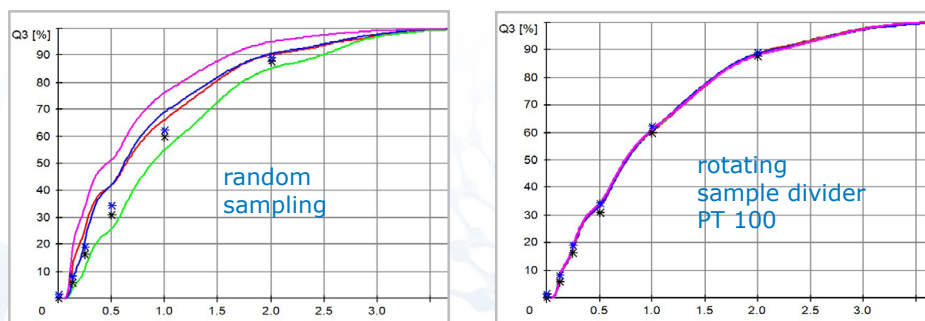


Fig. 5: Differenze nella distribuzione granulometrica di 4 campioni prelevati casualmente (a sinistra) confrontate con quella di 4 sotto-campioni ottenuti dalla ripartizione del campione usando il PT 100 (a destra). La sovrapposizione delle curve implica un perfetto campionamento.

Scopri di più su: www.retsch.it