

# VERKLEINEN DEELTJESGROOTTE

## 1 INLEIDING

Verkleinen is het proces waarbij door middel van breken, malen of snijden de korrelgrootte van het materiaal wordt gereduceerd. Tijdens het verkleinen moet de monstergrootte constant blijven. Om een representatief en homogeen analysemonster te verkrijgen kan het noodzakelijk zijn om één of meerdere verkleiningsstappen uit te voeren.

Welke techniek gebruikt zal worden, is afhankelijk van de aard van het laboratoriummonster, de gewenste deeltjesgrootte en de beoogde analyse.

Omdat er een grote kans is op analytische fouten door verlies van vluchtige componenten door opwarming, door verlies van materiaal in de vorm van stof en door contaminatie als gevolg van vuil materiaal of andere stalen, is het zeer belangrijk de juiste apparatuur te kiezen en vooral om deze proper te houden.

Contaminatie kan eveneens optreden vanuit de maal- en breekapparatuur zelf, wat vooral van belang is bij de bepaling van (zware) metalen. Er wordt bij voorkeur gebruik gemaakt van apparatuur die uitgevoerd is uit materialen zoals wolframcarbide of agaat.

Men mag niet uit het oog verliezen dat de korrelgrootteverdeling van een materiaal in enkele gevallen een invloed kan hebben op het resultaat van de analyse. Dit is het geval bij bepaling van het uitlooggedrag, waarin vooral de fijnste deeltjes van het materiaal, met relatief het grootste oppervlak, het resultaat van de uitloogproef bepalen. De voorgeschreven maximale korrelgrootte bij dit soort proeven zegt niets over de korrelgrootteverdeling van het analysemonster. De hoeveelheid fijn stof dat tijdens het breken/vermalen ontstaat, kan de uitloogkarakteristieken van het analysemonster dan ook beïnvloeden ten opzichte van het oorspronkelijke materiaal.

Sommige analyses schrijven een exacte korrelgrootte voor van het te testen materiaal. In dat geval dient het (verkleinde) materiaal een draadzeef met de vereiste korrelgrootte te passeren. Te grote materiaaldeeltes moeten verder verkleind worden. Voor het zeven is meestal een droogstap nodig (40°C).

## 2 TECHNIEKEN IN FUNCTIE VAN BEOOGDE DEELTJESGROOTTE

### 2.1 Voorverkleinen

Voorverkleinen wordt toegepast op grofkorrelige materialen of vormgegeven materialen die deeltjes bevatten groter dan de invoer van de breekapparatuur. Voor het handmatig voorverkleinen kunnen de deeltjes met een zware hamer en eventueel een steenbeitel verbrijzeld worden. Moeilijk breekbare materialen kunnen verbrijzeld worden met behulp van een drukpers. De voorverkleining kan ook door zagen of boren uitgevoerd worden.

#### 2.1.1 Werkwijze

- Zaag of sla de brokken die groter of gelijk zijn aan de maximale invoergrootte van de breekapparatuur met behulp van een hamer of beitel in stukken.
- Houd de blootstelling van het monster aan de lucht hierbij zo klein mogelijk en neem passende maatregelen om wegschieten van materiaal te vermijden.

### 2.1.2 Opmerkingen

Afhankelijk van de hardheid van het materiaal en de wijze van voorverkleinen kunnen brokstukken wegschieten, hetgeen uit het oogpunt van zowel de representativiteit als de veiligheid moet vermeden worden. Dit kan op efficiënte wijze gebeuren door het materiaal in een doek of papieren tissue kapot te slaan.

## 2.2 Verkleinen tot 1-10 mm

Dit wordt toegepast als de vereiste deeltjesgrootte van het analysemonster in de orde grootte ligt van 1-10 mm. Dikwijls gebeurt de verkleining in meerdere stappen waarbij sommige stappen moeten herhaald worden om de gewenste grootte te bereiken.

Een laboratoriummonster met een plastic, bitumineuze of een pasta-achtige samenstelling is soms moeilijk te verkleinen. Men kan het bevriezen (vloeibare stikstof), waardoor het makkelijker breekbaar is (cryogeen verkleinen). Indien nodig moet het monster vooraf chemisch gedroogd worden (additie van  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  en talk).

Bij stalen die cohesief gedrag vertonen (bv. door het vochtgehalte van het materiaal) dienen de individuele deeltjes eerst worden losgemaakt door fijnwrijven van de aanwezige klonters.

Granulaire deeltjes kunnen gebroken worden met behulp van een kaakbreker, een slagkruis molen of dergelijke. Bij de meeste van deze breekapparatuur kan de gewenste korrelgrootte (ruwweg) worden ingesteld. De werkelijke korrelgrootte en/of korrelgrootteverdeling van het materiaal kan bijvoorbeeld via een zeefanalyse bepaald worden.

Enkele voorbeelden van apparatuur:

- kaakbreker
- slagkruis molen (slagmolen)
- slagrotormolen (slagmolen)
- snijmolen (slagmolen)

Voor analyses waarbij de korrelgrootte en korrelgrootteverdeling een invloed heeft op de analyseresultaten (bv. uitloogproeven), is het belangrijk een methode te kiezen waarbij het materiaal gebroken, en niet vermaald wordt. Bedoeling is zoveel mogelijk gelijke korrels van de gewenste korrelgrootte te bekomen zodat de hoeveelheid stof beperkt blijft. In dit opzicht is de kaakbreker dikwijls de aangewezen methode.

### 2.2.1 Algemene werkwijze

- Als het monster stukken bevat die groter zijn dan de invoergrootte van de breekapparatuur, voer dan een voorverkleining uit.
- Maak de breekapparatuur zo goed mogelijk stofvrij.
- Stel de breekapparatuur in op de gewenste deeltjesgrootte.
- Om restanten van eerder behandelde monsters te verwijderen, is het aangeraden een klein deel van het materiaal te verkleinen, en direct af te voeren. Hardnekkige restanten kunnen vooraf verwijderd worden door een kleine hoeveelheid gewassen grind of gebroken glas in te voeren.
- Maak de breekapparatuur na de schoonmaakprocedure opnieuw stofvrij.
- Breek het materiaal op de gewenste deeltjesgrootte. Indien de deeltjesgrootte van het ingevoerde materiaal vele malen groter is dan de gewenste korrelmaat, is het aangeraden de deeltjes in meerdere stappen te breken, waarbij de ingestelde korrelgrootte geleidelijk verkleind wordt.

### 2.2.2 Algemene opmerkingen

- Indien de beoogde analyse kwantitatieve eisen stelt aan de (maximale) korrelgrootte van het monster, wordt het laboratoriummonster eerst gezeefd over een draadzeef met maaswijdte gelijk aan de gewenste korrelgrootte. Enkel het materiaal dat na het zeven bovenop de zeef blijft liggen, wordt gebroken. Het materiaal dat de zeef passeert ondergaat geen verdere deeltjesgrootteverkleining. Deze zeefprocedure wordt na elke passage door de breekapparatuur herhaald. Op deze manier worden enkel de te grote deeltjes gebroken, en wordt het materiaal niet onnodig verkleind. Nadien worden de verschillende breekfracties samengevoegd en gehomogeniseerd. Eventueel wordt het massa-aandeel van het gebroken materiaal ten opzicht van het totale laboratoriummonster geregistreerd.

- Onverkleinbare deeltjes in het materiaal (bijv. metallische deeltjes zoals schroeven, schroot) worden verwijderd en eventueel apart geanalyseerd. Het massapercentage en aard van het verwijderde materiaal wordt in dit geval steeds bij de analyse(s) gerapporteerd.

Vezelachtige materialen en plastic kunnen vaak enkel verkleind worden na een cryogene behandeling. Cryogeen verkleinen kan ook een oplossing vormen, wanneer een groot verlies aan vluchtige componenten wordt gevreesd.

### **2.2.3 Werkwijze cryogene verkleining**

- Maak de breekapparatuur zo goed mogelijk stofvrij. Om restanten van eerder behandelde monsters te verwijderen, is het aangeraden een klein deel van het materiaal te verkleinen, en direct af te voeren. Hardnekkige restanten kunnen eventueel vooraf verwijderd worden door een kleine hoeveelheid gewassen grind of gebroken glas in te voeren.
- Breng het cryogeen te verkleinen materiaal over in één of meer polyetheen recipiënten en sluit deze. Draai hierbij het deksel niet te vast om opening na cryogene koeling nog mogelijk te maken.
- Vul Dewar vaten met zoveel vloeibare stikstof dat bij onderdompeling de recipiënten met materiaal volledig onder komen te staan in de vaten.
- Laat de recipiënten met het staal net zolang staan in de vloeibare stikstof tot deze niet meer zichtbaar kookt.
- Laat de recipiënten daarna nog ten minste 10 minuten staan in de vloeibare stikstof.
- Stel, indien mogelijk, de breekapparatuur in op de gewenste korrelgrootte.
- Breek het gekoelde monster op de gewenste deeltjesgrootte, eventueel in meerdere stappen indien de deeltjesgrootte van het ingevoerde materiaal vele malen groter is dan de gewenste korrelmaat. Zorg hierbij dat de temperatuur tijdens het breken niet boven  $-20^{\circ}\text{C}$  komt. Dit kan vermeden worden door de verkleining in meerdere stappen, met tussentijdse koeling, uit te voeren.
- Maak de apparatuur nadien schoon.

### **2.2.4 Opmerkingen cryogene verkleining**

- Cryogeen verkleinen is mogelijk door gebruik van apparatuur met open breekruimte. Tijdens het cryogeen breken kan best een spatscherm voor het aangezicht gedragen worden.
- Het reinigen van de breekapparatuur wordt niet onder cryogene omstandigheden uitgevoerd, omdat anders door het aantrekken van vocht de apparatuur vrij sterk zou vervuilen.
- Als het vochtgehalte zo groot is dat de individuele deeltjes bij een temperatuur van  $-196^{\circ}\text{C}$  aan elkaar zullen vriezen, is een chemische droging noodzakelijk.
- Het optreden van contaminatie en de mate waarin dit een storend effect kan hebben op de uit te voeren analyse, is afhankelijk van de hardheid en de samenstelling van de breekapparatuur, de hardheid en de samenstelling van het te verkleinen materiaal. Voor de in het labo gebruikte apparatuur moet bekend zijn welke elementen in welke concentraties tijdens het verkleinen vrijkomen, zodat hiermee rekening gehouden kan worden (Co en W kunnen vrijkomen bij een toestel uitgevoerd in wolframcarbide; Cr, Ni, Mo en V kunnen vrijkomen uit roestvrijstalen apparatuur).

## **2.3 Verkleinen tot 100-1000 $\mu\text{m}$**

Deze techniek wordt toegepast als de vereiste deeltjesgrootte van het analysemonster in de orde grootte ligt van 100 tot 1000  $\mu\text{m}$ .

Net zoals bij het verkleinen tot 1-10 mm, kan men laboratoriummonsters met een plastic, bitumineus of een pasta-achtig karakter bevriezen, zodanig dat ze makkelijker te vermalen zijn.

Wanneer de aanvankelijke deeltjesgrootte te grof is, is men verplicht om voorafgaandelijk te verkleinen. Men maalt het laboratoriummonster tot de gewenste deeltjesgrootte wordt bekomen.

Bij voorkeur wordt gebruik gemaakt van een maalgarnituur van een materiaal dat weinig contaminatie zal opleveren, bijvoorbeeld wolframcarbide of agaat.

Apparatuur:

- stamper en mortier
- kogelmolen

- schijventrilmolen
- ultracentrifugaal molen (slagmolen)
- mortiermolen

Voordeel van de schijventrilmolen en de slagmolen is dat het materiaal in een (semi) continue materiaalstroom kan worden ingebracht, waardoor ook grotere hoeveelheden materiaal kunnen worden voorbehandeld. Deze technieken zijn eveneens toepasbaar in combinatie met vloeibare stikstof.

Vermalen met behulp van een mortier, mortiermolen of kogelmolen gebeurt batch-gewijs. De kogelmolen biedt het voordeel dat het proces in afgesloten pot wordt uitgevoerd, zodat materiaalverliezen en blootstelling aan inhaleerbaar stof beperkt blijven. Deze methode is echter niet toepasbaar bij cryogeen vermalen.

De mate van verkleining die wordt bereikt bij het gebruik van een mortier van agaat of een kogelmolen is afhankelijk van de maalduur en de hardheid van het materiaal. Een ruwe instelling van de gewenste korrelmaat is hier niet mogelijk. Dit geldt niet voor de slagkruismolen en de schijventrilmolen. De maalfijnheid kan evenwel nadien gecontroleerd worden via zeven of een zeefanalyse.

Voordeel van de mortiermolen is dat er tijdens het vermalen kleine hoeveelheden materiaal of additieven kunnen bijgevoegd worden zodanig dat beide vermalen en gemengd worden. Gebruik van mortier en stamper voor het verkleinen van kleine hoeveelheden minder harde materialen, is eenvoudig en goedkoop in gebruik en schoonmaak.

### **2.3.1 Algemene werkwijze**

- Voor de meeste maalapparaten mag de invoergrootte maximaal enkel millimeters bedragen. Als het monster deeltjes bevat die groter zijn dan de invoergrootte van de verkleinapparatuur, voer dan een voorverkleining (zie punt 2.1) en/of verkleining tot 1-10 mm (zie punt 2.2) uit.
- Maak vooraf de verkleinapparatuur zo goed mogelijk stofvrij.
- Stel, indien mogelijk, de gewenste korrelgrootte in.
- Om restanten van eerder behandelde monsters te verwijderen, is het aangeraden een klein deel van het materiaal te verkleinen, en direct af te voeren. Hardnekkige restanten kunnen vooraf verwijderd worden door een kleine hoeveelheid gewassen grind of gebroken glas in te voeren.
- Maak na de schoonmaakprocedure de apparatuur opnieuw stofvrij.
- Vermaal het materiaal tot op de gewenste deeltjesgrootte.

### **2.3.2 Algemene opmerkingen**

- Onverkleinbare deeltjes in het materiaal (bijv. metallische deeltjes zoals schroeven, schroot) worden verwijderd en eventueel apart geanalyseerd. Het massapercentage en aard van het verwijderde materiaal wordt in dit geval steeds bij de analyse(s) gerapporteerd.

Om verliezen van vluchtige stoffen te vermijden, tracht men het buitensporig opwarmen van het laboratoriummonster tijdens het malen te vermijden. Een opeenvolging van korte en op lage snelheid uitgevoerde vermalingen geniet daarom de voorkeur. Een cryogene vermaling kan ook een oplossing vormen, wanneer een groot verlies aan vluchtige componenten wordt gevreesd.

### **2.3.3 Werkwijze cryogeen vermalen**

- Maak de breekapparatuur zo goed mogelijk stofvrij. Om restanten van eerder behandelde monsters te verwijderen, is het aangeraden een klein deel van het materiaal te verkleinen, en direct af te voeren. Hardnekkige restanten kunnen vooraf verwijderd worden door een kleine hoeveelheid gewassen grind of gebroken glas in te voeren.
- Breng het materiaal over in één of meer polyetheen recipiënten en sluit deze. Draai hierbij het deksel niet te vast om opening na cryogene koeling nog mogelijk te maken.
- Vul Dewar vaten met zoveel vloeibare stikstof dat bij onderdompeling de recipiënten met materiaal volledig onder komen te staan in de vaten.
- Laat de recipiënten met het staal net zolang staan in de vloeibare stikstof tot deze niet meer zichtbaar kookt.
- Laat de recipiënten daarna nog ten minste 10 minuten staan in de vloeibare stikstof.

- Stel, indien mogelijk, de maalapparatuur in op de gewenste korrelgrootte.
- Vermaal het gekoelde monster. Zorg hierbij dat de temperatuur van het materiaal door tussentijdse opwarming tijdens het malen niet boven  $-20^{\circ}\text{C}$  komt. Eventueel kan het verkleinen in porties uitgevoerd worden;
- Verwijder na het verkleinen het materiaal zo snel mogelijk en laat het in een gesloten pot op kamertemperatuur komen.
- Maak de apparatuur zo goed mogelijk stofvrij.

#### **2.3.4 Opmerkingen cryogeen vermalen**

- Maalapparatuur met een afgesloten maalruimte (bijvoorbeeld een kogelmolen) is doorgaans niet geschikt voor verkleinen met vloeibare stikstof omwille van de overdruk die in de maalgarnituur kan ontstaan. Tijdens het malen wordt best een spatscherm voor het aangezicht gedragen.
- Het reinigen van de breekapparatuur wordt niet onder cryogene omstandigheden uitgevoerd, omdat anders door het aantrekken van vocht de apparatuur vrij sterk zou vervuilen.
- Als het vochtgehalte zo groot is dat de individuele deeltjes bij een temperatuur van  $-196^{\circ}\text{C}$  aan elkaar zullen vriezen, is een chemische droging noodzakelijk.
- Het is mogelijk dat het malen tot een maximale korrelgrootte die veel kleiner is dan 1 mm niet binnen een acceptabele tijd mogelijk is door het tussentijds opwarmen en weer afkoelen van het materiaal. In dat geval moet met een maximale korrelgrootte van ongeveer 1 mm genoegen genomen worden.
- De keuze van het te hanteren apparaat wordt mede bepaald op basis van de contaminatie die vanuit het maalgarnituur kan optreden. Bij voorkeur wordt gebruik gemaakt van een maalgarnituur van een materiaal dat weinig contaminatie zal opleveren, bijvoorbeeld wolframcarbide of agaat.