



# Chemia analityczna

Nawet najdokładniej wykonana analiza jest  
**bezwartościowa**  
jeżeli próbka została źle pobrana

**Pobieranie próbek stałych, ciekłych gazowych**

# Pobieranie próbek stałych

## Tematyka:

Stosunek wielkości próbki do wielkości partii

Techniki zmniejszania próbki ogólnej

Zmienność właściwości, a pobór próbki

Próbniki do próbek stałych:

- materiały maziste i ciastowate
- materiały łatwo topliwe
- materiały sypkie i w kawałkach

Pobieranie próbek gleby

Pobieranie próbek osadów dennych

Pobieranie próbek roślinnych

# Pobieranie próbek stałych

Stosunek wielkości próbki do wielkości partii

Dla produktów sypkich i w kawałkach zależność próbki pierwotnej od wlk. ziarna:

Ziarna [mm]	<1	1-10	11-50	50<
Masa próbki [g]	100	200	1000	2500




# Pobieranie próbek stałych

Stosunek wielkości próbki do wielkości partii


**Wielkość próbki ogólnej - materiały ciekłe, mazyste**

Masa partii [t]	<8	8-60	61-300	301-500
Masa próbki [kg]/%	1%	80	120	160



**Wielkość próbki ogólnej - materiały sypkie i w kawałkach**

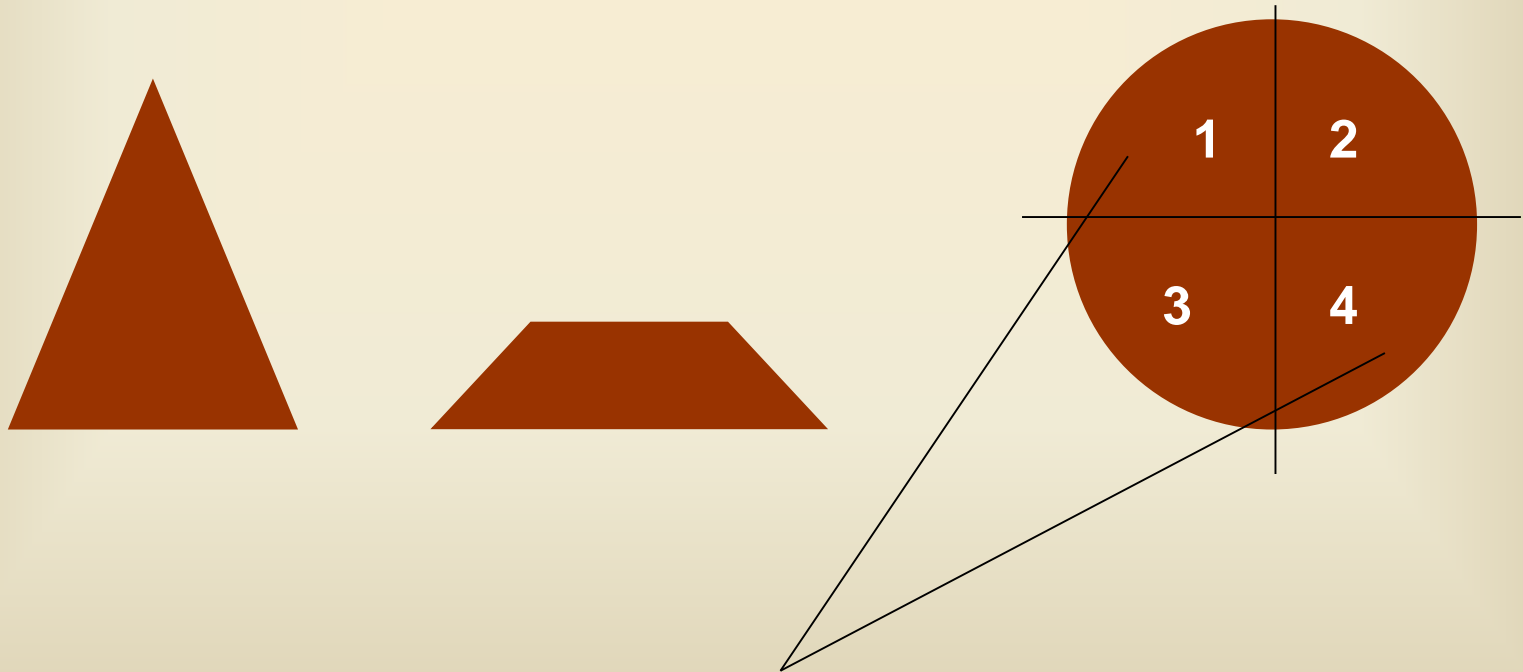
Masa partii [t]	<4	4-50	51-200	201-300
Masa próbki [kg]/%	5%	200	400	600



# Pobieranie próbek stałych

Techniki zmniejszanie próbki ogólnej

## Technika ćwiartkowania

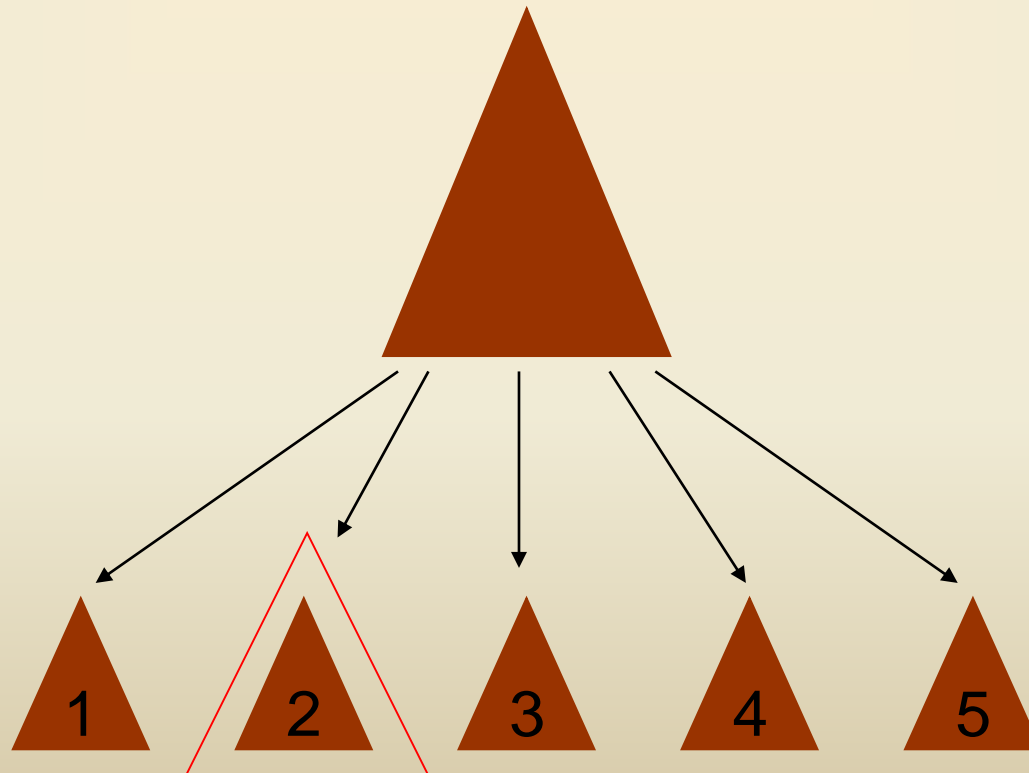


Do dalszego pomniejszania

# Pobieranie próbek stałych

Techniki zmniejszanie próbki ogólnej

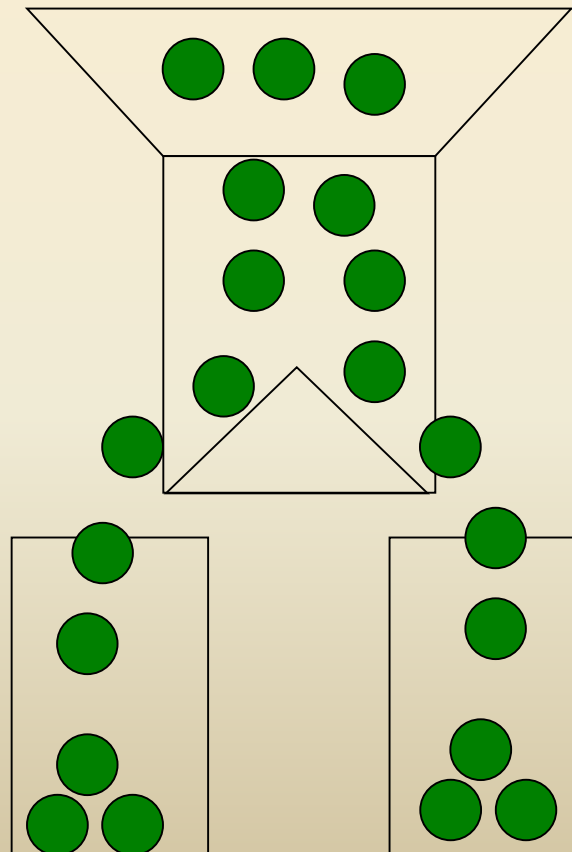
## Technika sypania stożków



# Pobieranie próbek stałych

Techniki zmniejszanie próbki ogólnej

## Dzielnik laboratoryjny z przegrodą

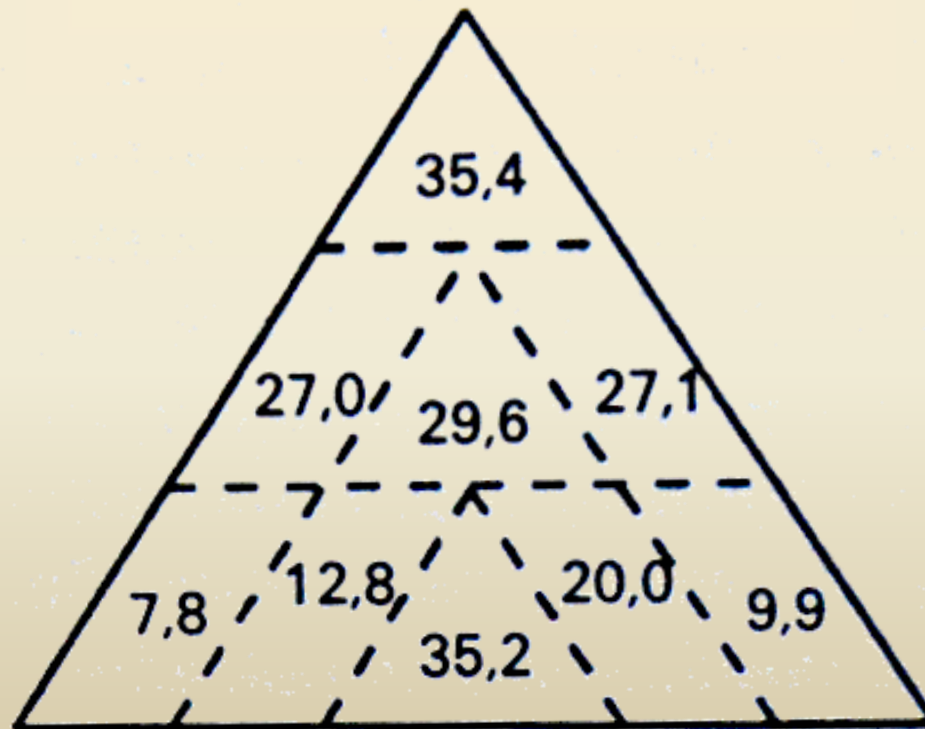




# Pobieranie próbek stałych

Utrata jednorodności

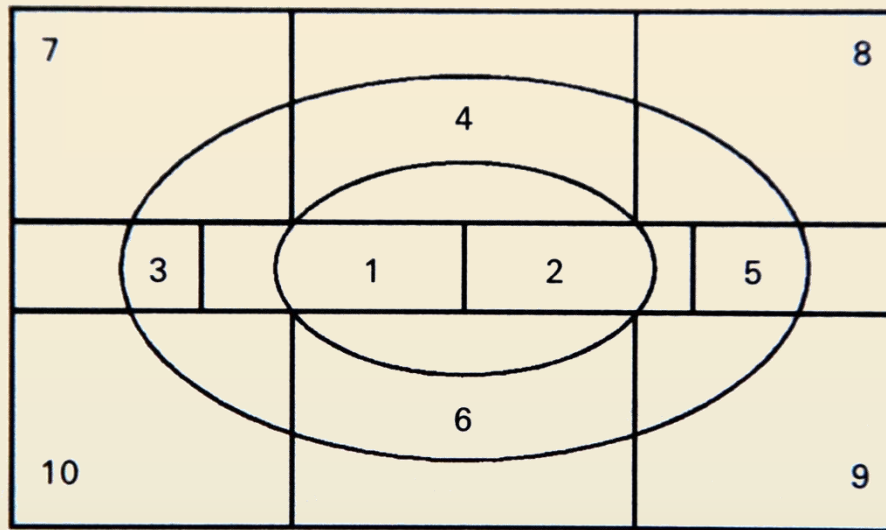
Powolne podnoszenie rury zasypowej.  
Węgiel zawierał 20% frakcji 10 mesh



% zawartość frakcji 10 mesh (10 oczek na cal -25.4mm – sita)

# Pobieranie próbek stałych

## Rozważania teoretyczne



Schemat pobierania próbek towarów granulowanych wg AOAC  
(Association of Official Analytical Chemists)

# Pobieranie próbek stałych

## Rozważania teoretyczne



### **Typy niejednorodności towaru:**

- przypadkowa – najważniejsza liczba próbek
- kierunkowa – najważniejsze miejsca pobrania
- cykliczna – najważniejszy czas lub miejsca pobrania

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki



Próbnik do materiałów sypkich

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki



Próbnik komorowy zamknięty

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki

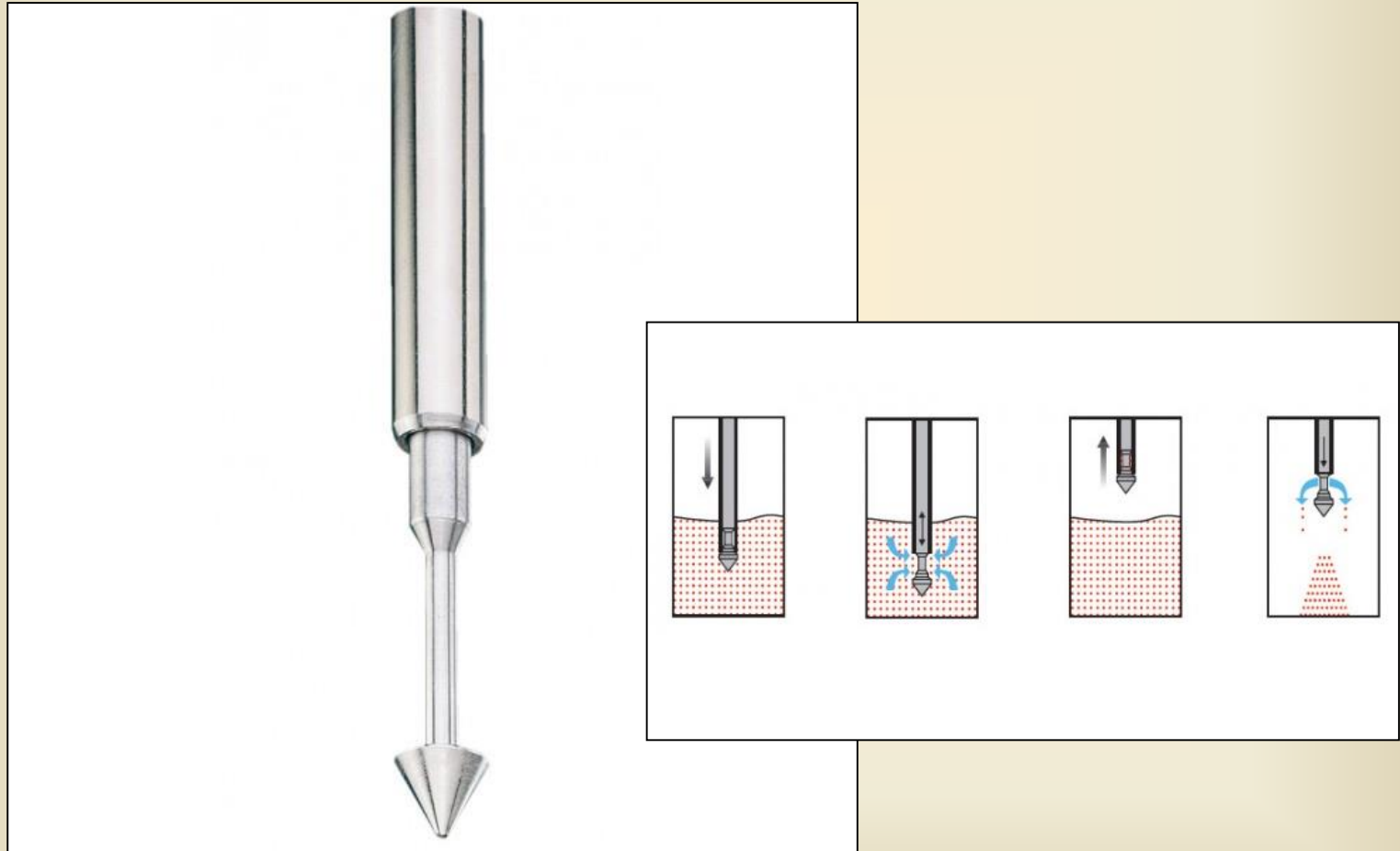


Typ rura w rurze  
3-7 komór

Próbnik komorowy do materiałów granulowanych

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki



Próbnik mikro do proszków, granulatów, ziaren

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki

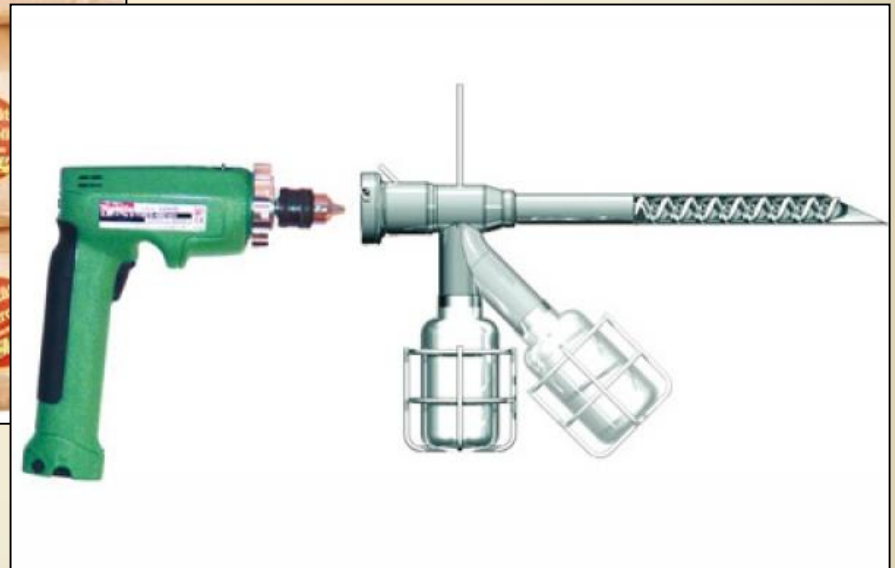


Do materiałów sypkich zamknięcie komory przez obrót rączki



# Pobieranie próbek stałych

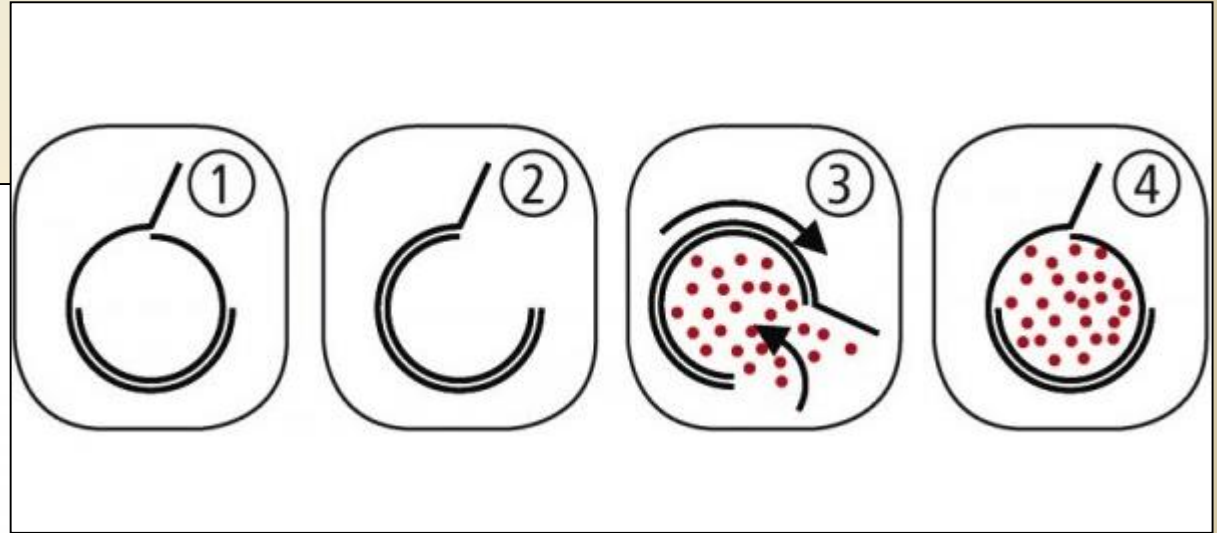
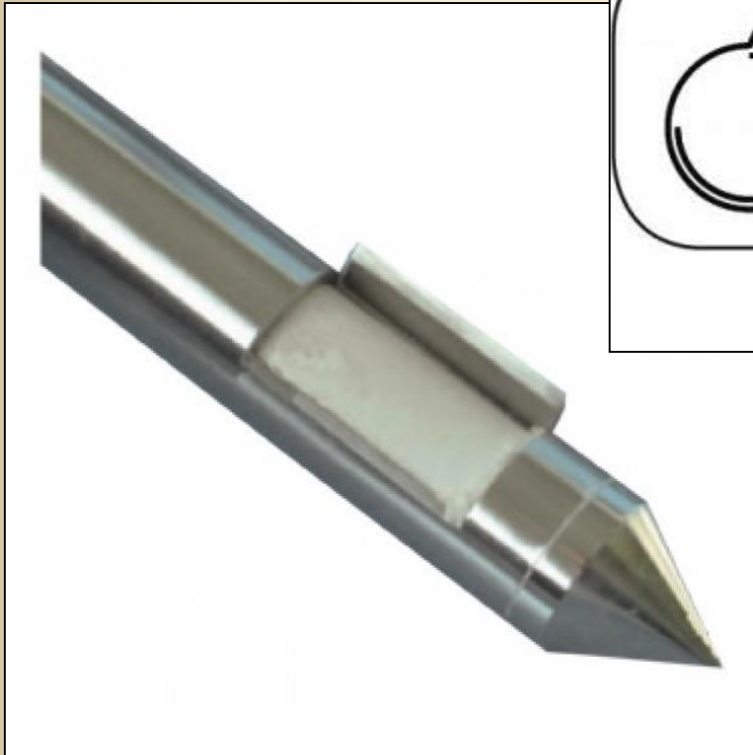
## Próbniki



Próbnik do proszków Powder-Proof – ślimak napelnia woreczek

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki



Próbnik punktowy z rynienką zdrapującą (do proszków)

# Pobieranie próbek stałych

## Pobieranie próbek gleb



# Pobieranie próbek stałych

Pobieranie próbek gleb – profil glebowy



# Pobieranie próbek stałych

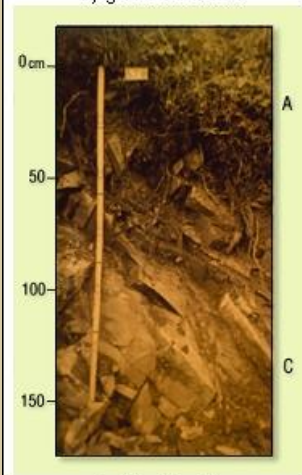
## Pobieranie próbek gleb – profil glebowy



a) gleba bielocowa

b) gleba brunatna

c) gleba płowa



d) gleba inicjalna



e) gleba rdzawa



f) gleba glejowa

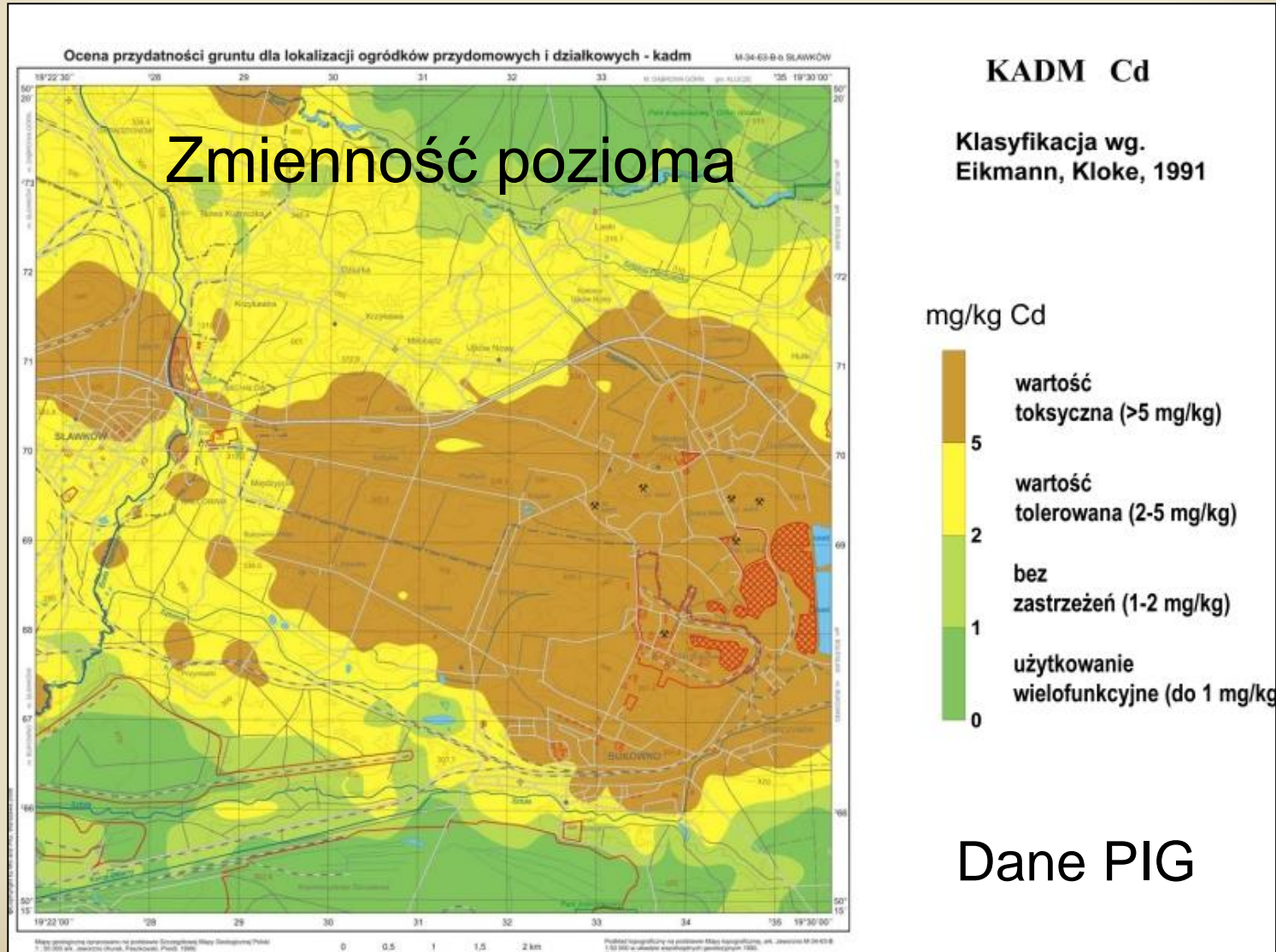
- O – organiczny (20%)
- A – próchniczny (ciemny)
- E – wymywania ( $\text{FeO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ )
- B – wzbogacania (z E)
- C – skała macierzysta

## Skład gleby:

- minerały  
(krzemionka, węglany, azotany, fosforany, potas, sól, magnez)
- materia org.  
(różne stadia rozkładu)
- powietrze glebowe
- woda glebowa

# Pobieranie próbek stałych

## Pobieranie próbek gleb



# Pobieranie próbek stałych

Pobieranie próbek gleb

## Pobieranie gleby z profilu glebowego (zwykle do 1.5m)

Bez zachowania struktury	Z zachowaniem struktury
Skład chemiczny	Woda kapilarna
Skład mineralny	Woda porowa
Zawartość węglanów	Woda całkowita
Uziarnienie	Porowatość
Kwasowość	Wielkość porów
Higroskopijność	



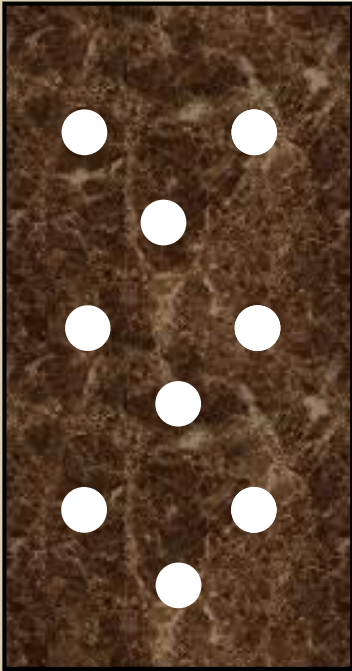
Pobieranie łopatką lub szpachelką



Pobieranie cylinderki metalowe lub plastikowe

# Pobieranie próbek stałych

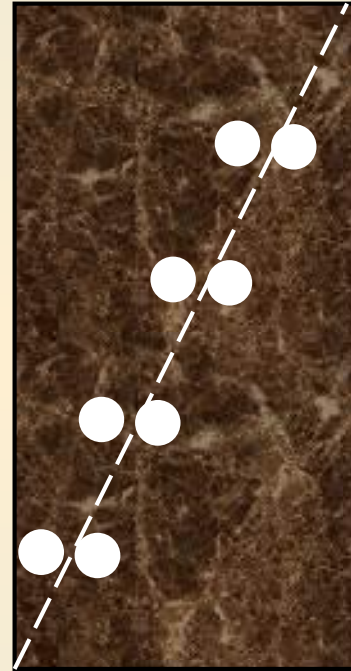
Różne warianty poboru próbek gleby



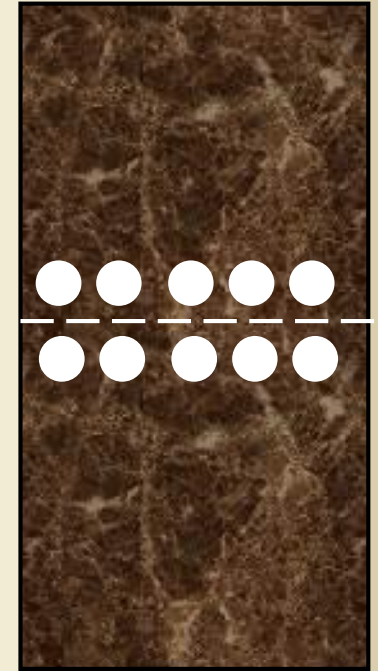
Normalna



Losowa



Przekątnej



Linii poprzecznej

Jedna próbka na 4ha (pod warunkiem jednolitości  
glebowej i ukształtowania)



# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki



Próbnik przekrojowy do gleby

# Pobieranie próbek stałych

## Próbniki



Próbnik do mrozonek – wiertło probiercze

# Pobieranie próbek stałych

## Pobieranie próbek roślin



# Pobieranie próbek stałych

Pobieranie próbek roślin – zasada ogólna

Górne, dojrzałe liście



# Pobieranie próbek stałych

## Pobieranie próbek roślin



# Pobieranie próbek stałych

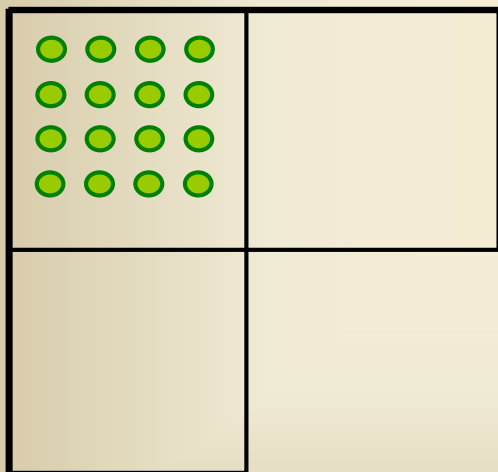
## Pobieranie próbek roślin

Cele pobierania próbek roślinnych:

- jakość plonów (np. zawartość cukru w burakach)
- zaopatrzenie w składniki pokarmowe (nawożenie)
- stopień zanieczyszczenia roślin (skażenie środowiska)

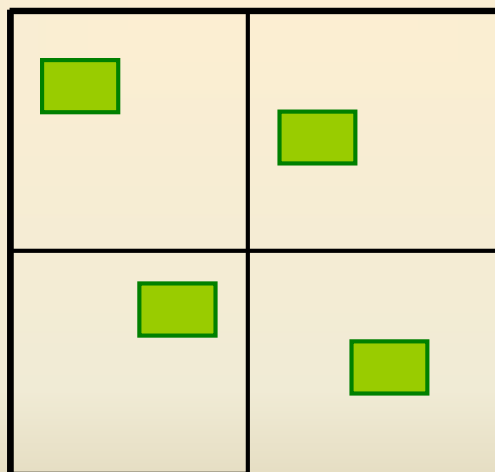
## Strategie pobierania liści

Pola



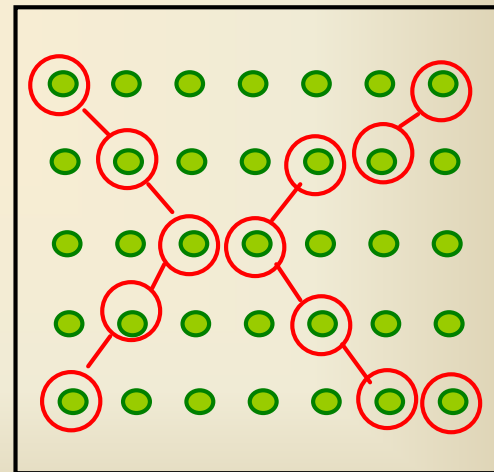
Mniejszy obszar

Pola



Większy obszar

Sady i winnice



Metoda X

# Pobieranie próbek stałych

Pobieranie próbek roślin – ilość próbek

Rośliny zbożowe i oleiste  
z 1ha po 5 roślin z 30-50 miejsc



Rośliny okopowe  
z 1ha kilkadz. indywidualnych próbek



Rośliny pastewne  
z 1ha 10x10cm z 30-50 miejsc

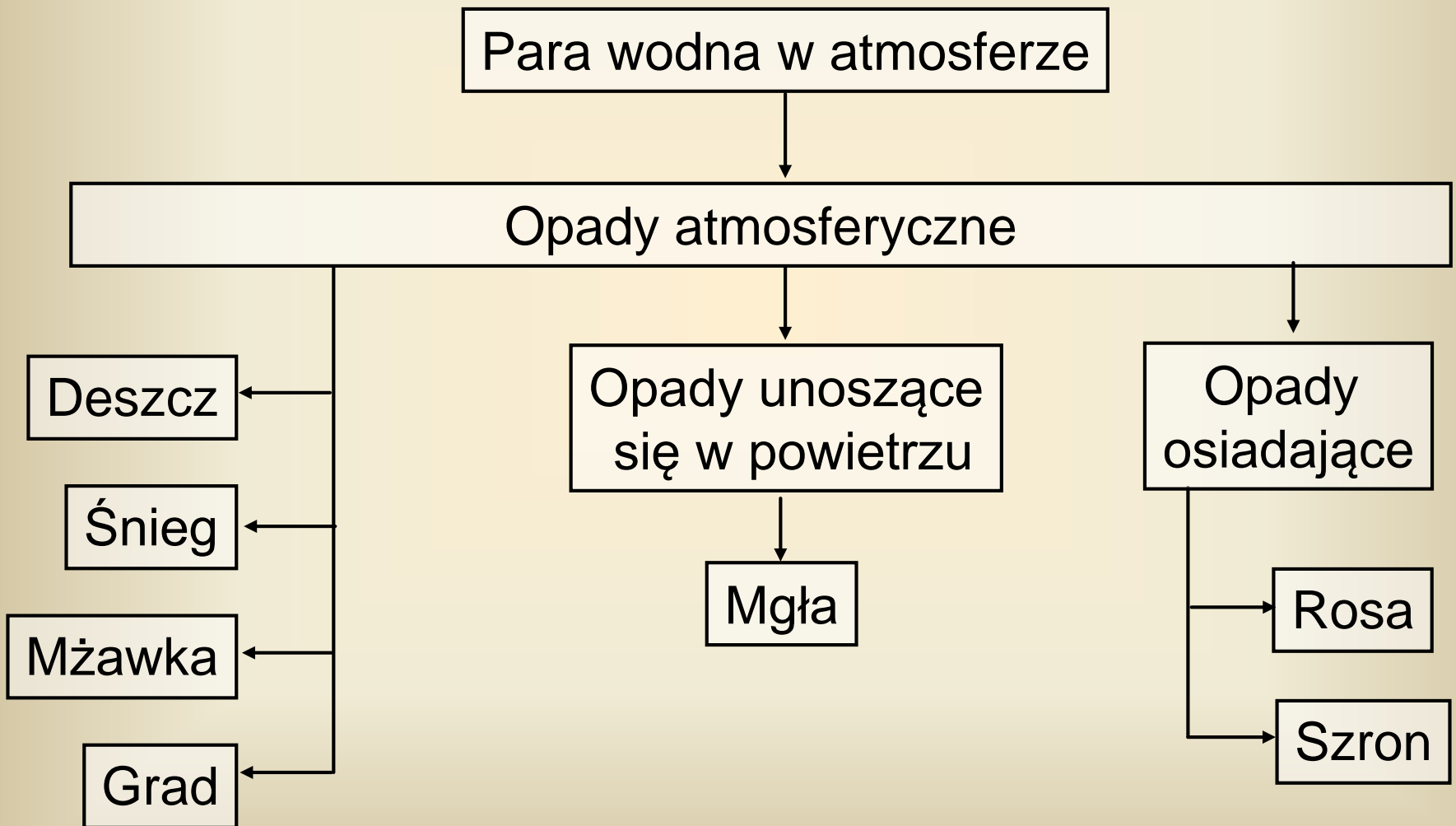


Rośliny dzikie  
Wszystkie rośliny z mikropowierzchni



# Pobieranie próbek ciekłych

## Podział opadów atmosferycznych





# Pobieranie próbek ciekłych

Wody opadowe

Deszcz

## Charakterystyka:

- skład zależny od składu atmosfery
- zawierają:  $O_2$ ,  $N_2$ ,  $CO_2$  - ok.  $25\text{cm}^3/\text{dm}^3$
- zawierają: siarczany, chlorki, azotany -  $< 10\text{mg}/\text{dm}^3$
- $\text{pH} \approx 6.0$  ze względu na obecność  $CO_2$
- sole Ca, Mg
- sadza, pyłki roślinne i pyły

# Pobieranie próbek ciekłych

## Deszcz



GHM Engineering Group Precipitation Collector

Automatyczny próbnik do pobierania  
suchego i mokrego opadu

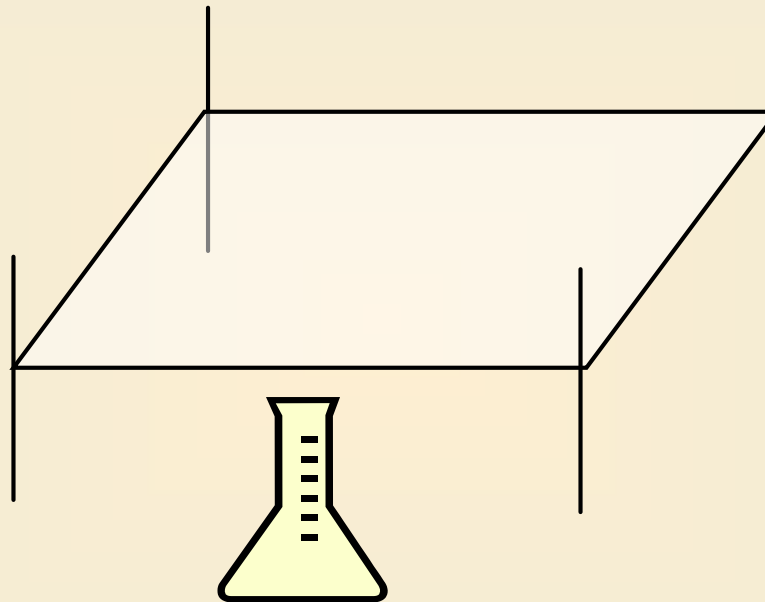
# Pobieranie próbek ciekłych

Mgła



# Pobieranie próbek ciekłych

Rosa



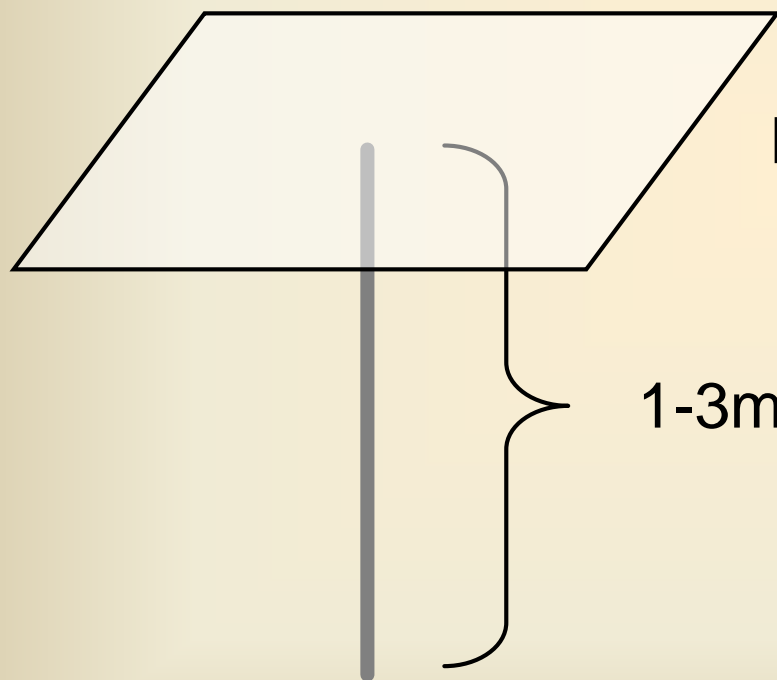
Teflon, Pyrex, stal, folia

Powierzchnia: 300x300mm – 2500x2500mm

# Pobieranie próbek ciekłych

## Szron

Płytki polietylenowa, teflonowa



Pole powierzchni 400-3000cm<sup>2</sup>

1-3m nad poziomem gruntu

# Pobieranie próbek ciekłych

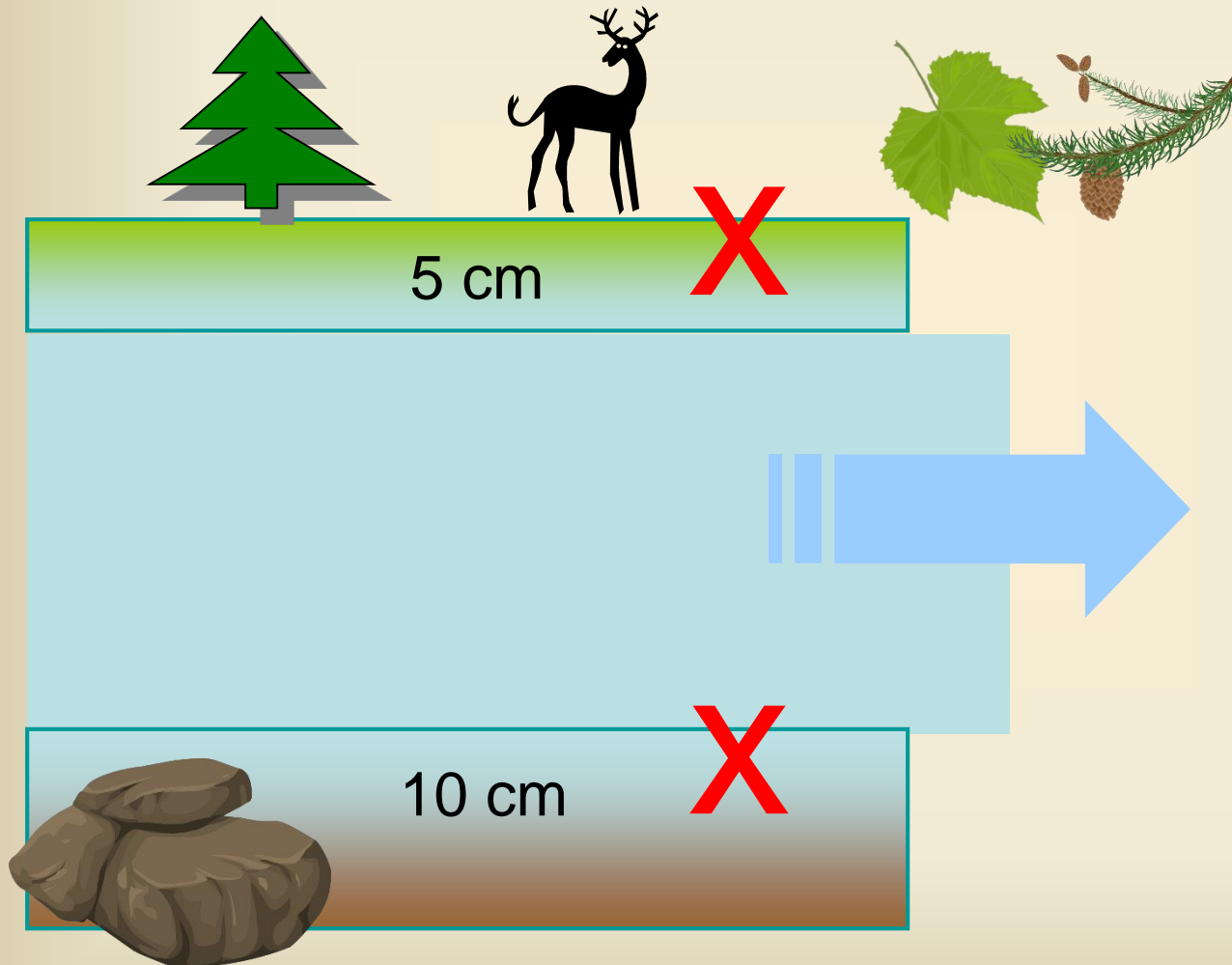
Pobór powierzchniowej warstwy śniegu



<http://summit.unh.edu>

# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór powierzchniowej warstwy śniegu



- rękawiczki

- ślepa próba:

- terenowa

- narzędziowa

- transportowa

# Pobieranie próbek ciekłych

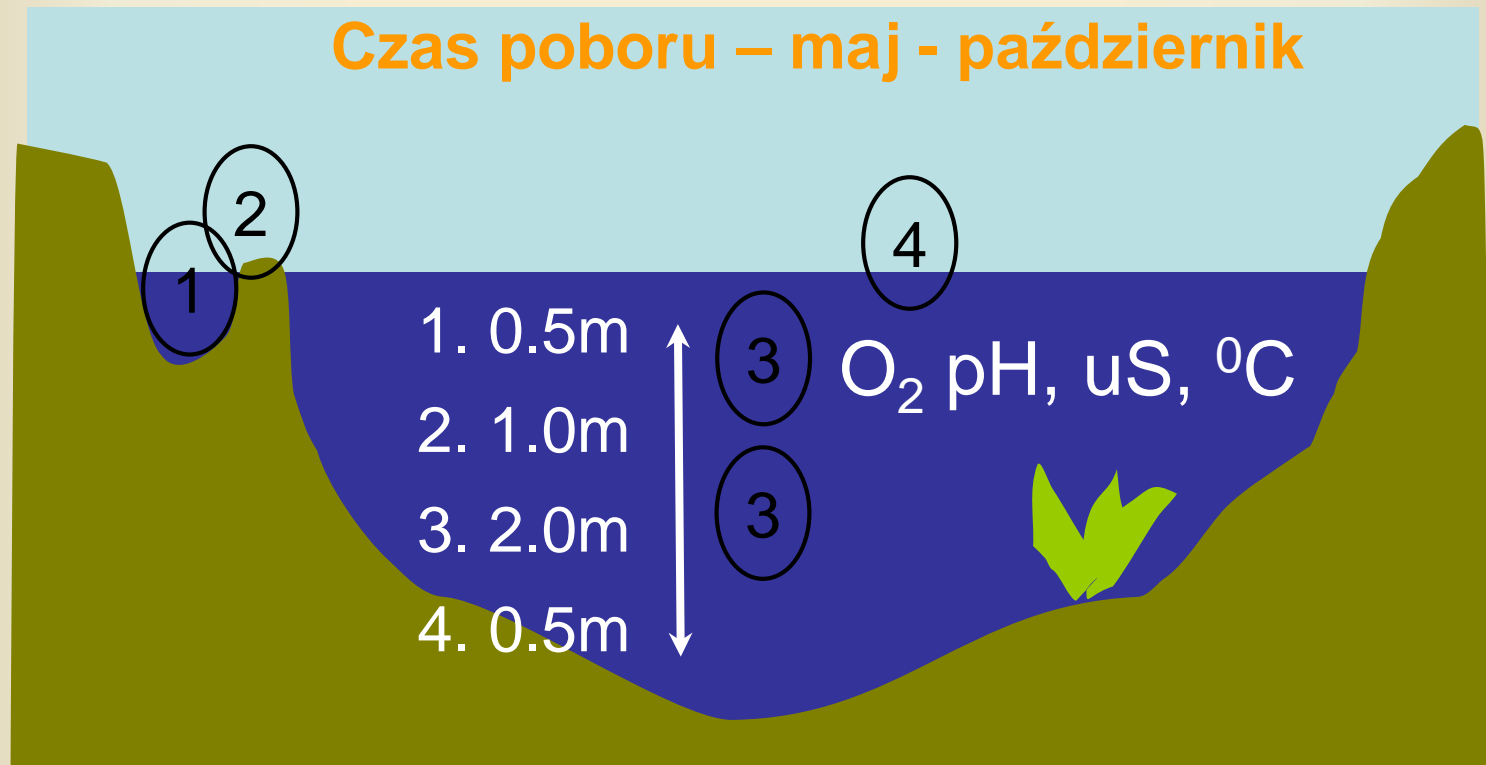
Pobór śniegu z różnych głębokości





# Pobieranie próbek ciekłych

Metodologia poboru próbek wody powierzchniowej



# Pobieranie próbek ciekłych

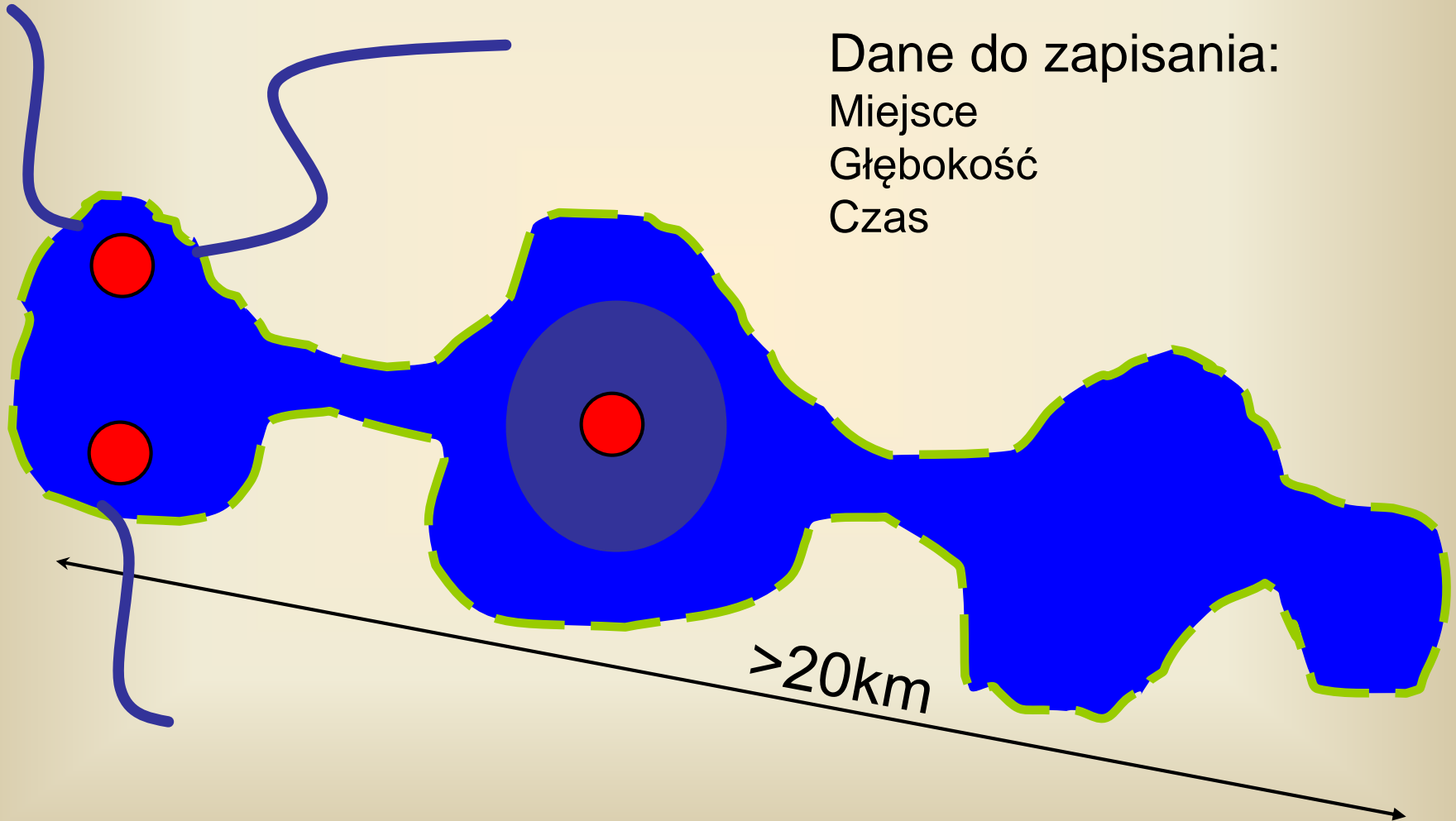
## Metodologia poboru próbek wody powierzchniowej

Dane do zapisania:

Miejsce

Głębokość

Czas



# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór próbek wody powierzchniowej

### Zanurzenie pojemnika na próbkę



- wlot pojemnika skierowany pod prąd
- unikać zanieczyszczenia próbki osadem dennym

# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór próbek wody powierzchniowej

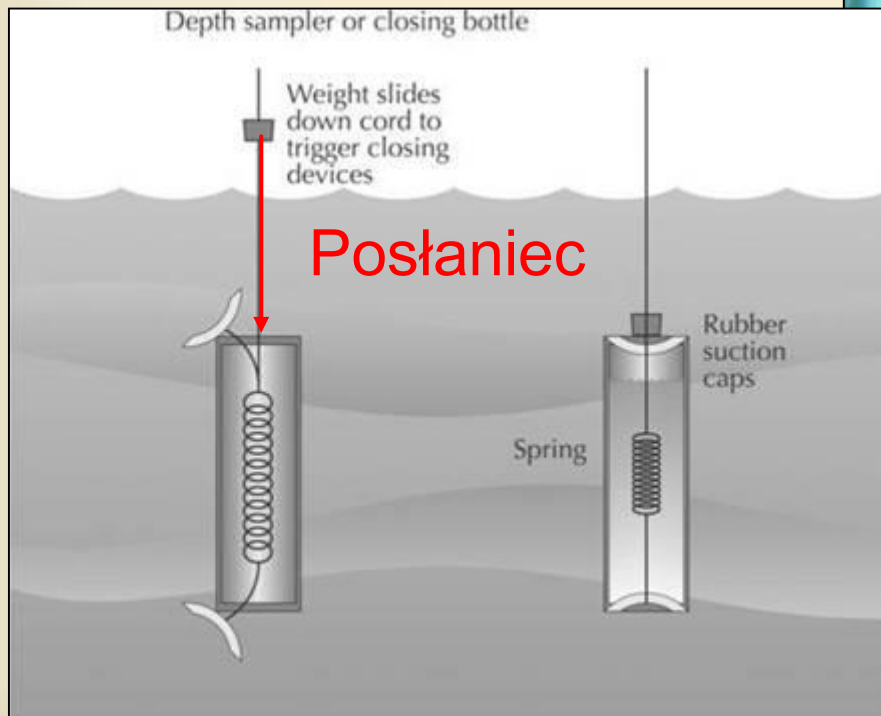
Szufelka, wiaderko ze stali nierdzewnej



# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór próbek wody powierzchniowej

### Próbniki głębinowe

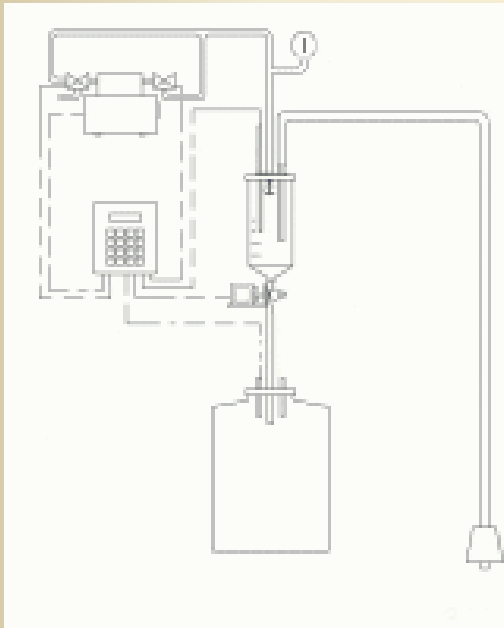


<http://www.aquaticresearch.com/>

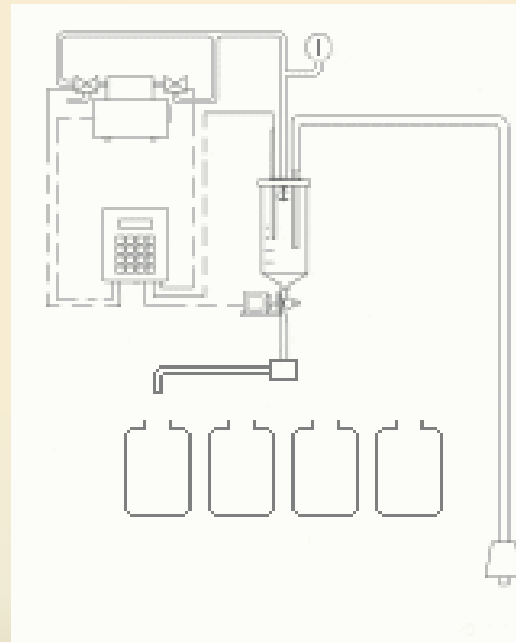
# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór próbek wody powierzchniowej

### Próbnik automatyczny



Próbka średnia



Próbki chwilowe



<http://www.sircosamplers.com>

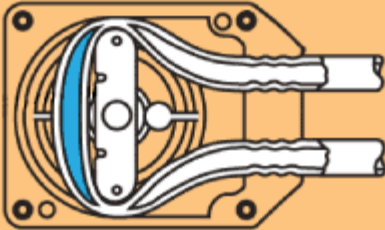
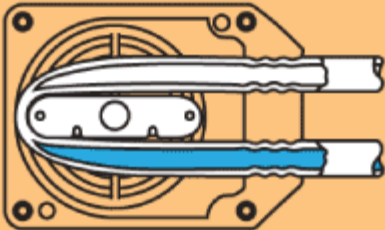
# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór próbek wody powierzchniowej

### Pompa perystaltyczna

#### Peristaltic pump cutaway view.

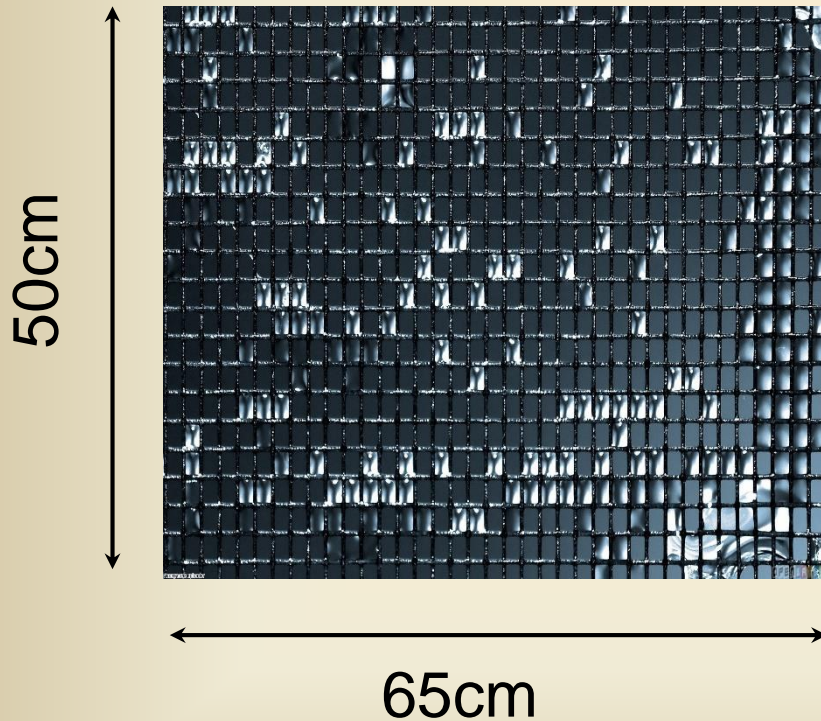
Pump induces flow  
by squeezing a flexible tube.



# Pobieranie próbek ciekłych

## Pobór próbek wody powierzchniowej

### Próbnik Garretta



Film powierzchniowy –  
cienka błonka olejowa,  
wzbogacona w związki  
organiczne

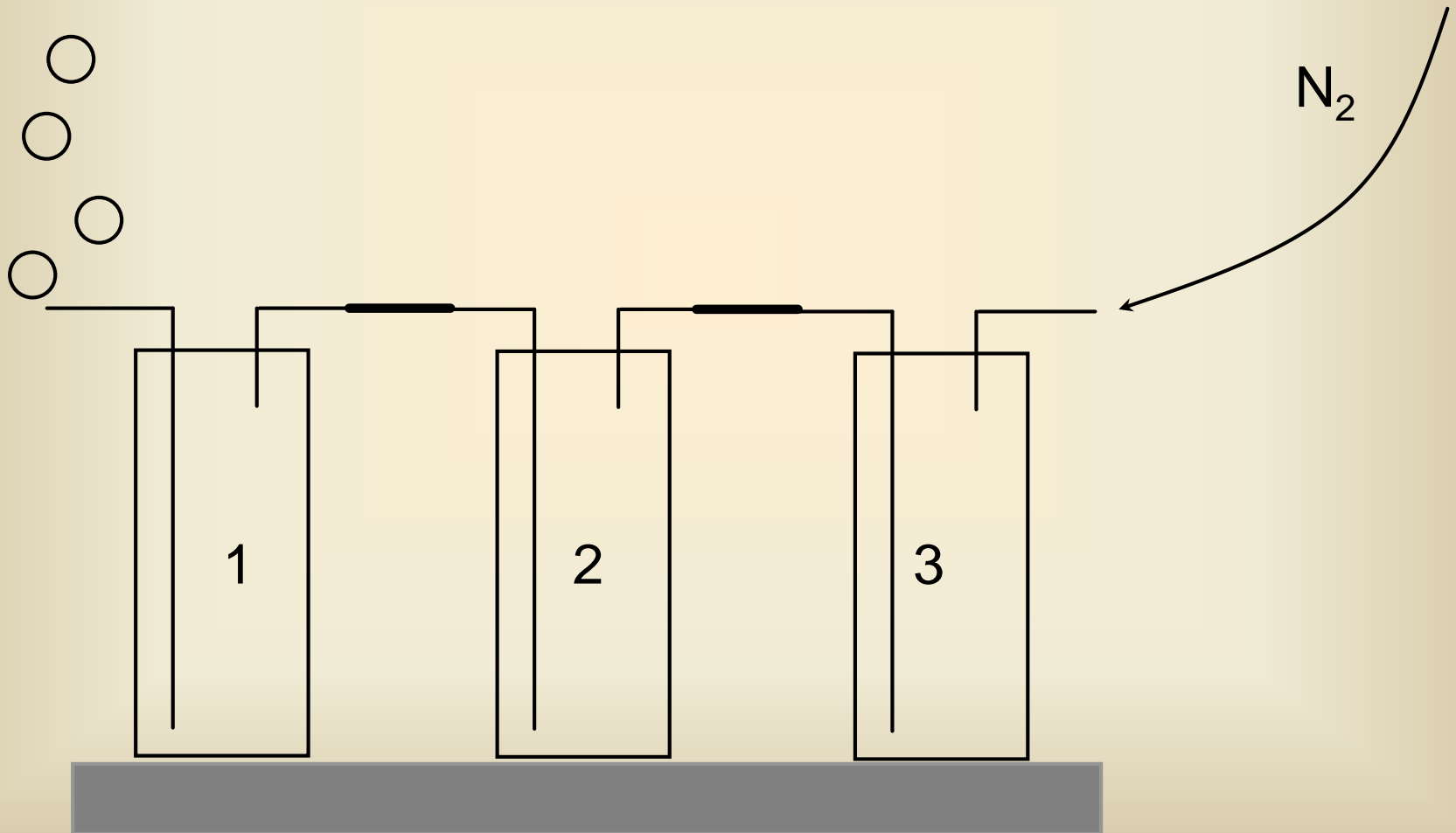
Pobiera warstwę 0.3mm



# Pobieranie próbek ciekłych

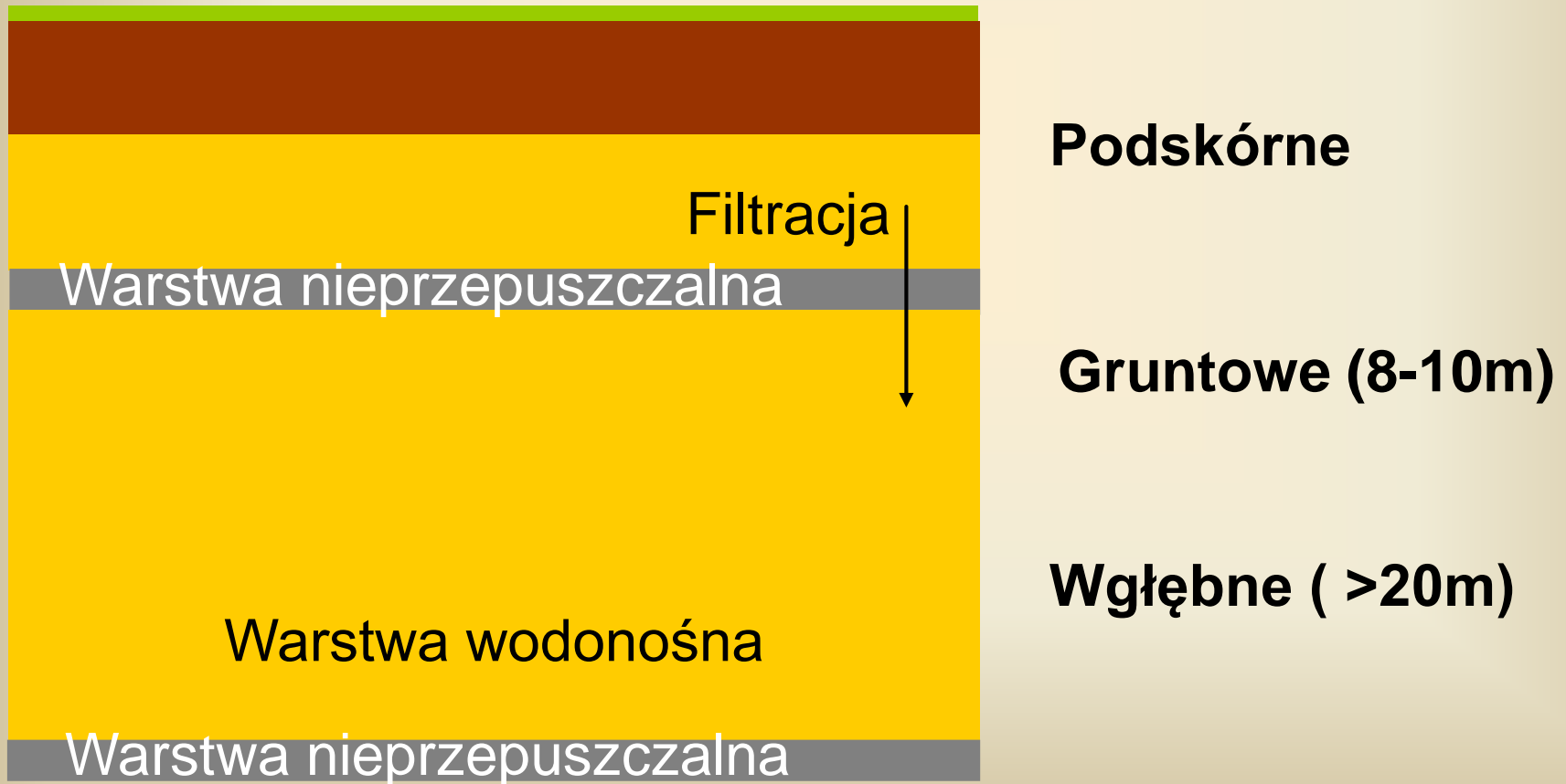
Pobór próbek wody powierzchniowej

Oznaczanie gazów:  $O_2$   $CO_2$   $H_2S$



# Pobieranie próbek ciekłych

Wody podziemne - podział



# Pobieranie próbek ciekłych

## Wody podziemne - wiercenie

Wiercenie studni – Pdł. Afryka



Studnia artezyjska 26l/s



# Pobieranie próbek ciekłych

Pobór próbek wód podziemnych

Pompy elektryczne



[www.life-income.si](http://www.life-income.si)

[www.solinst.com](http://www.solinst.com)

# Pobieranie próbek gazowych



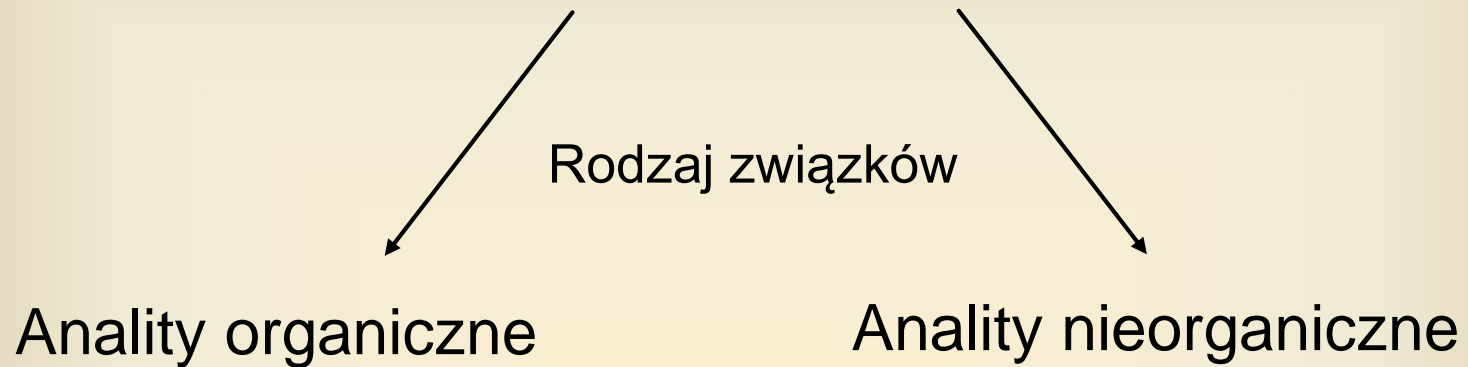
# Pobieranie próbek gazowych

## Podział rodzajów próbek gazowych ze względu na miejsce pobrania



- Próbki powietrza atmosferycznego (pomiar imisji)
- Próbki powietrza (stanowiska pracy)
- Próbki powietrza z pomieszczeń zamkniętych (mieszkalnych)
- Próbki powietrza z duktów, kominów i rur wydechowych (emisja)
- Próbki gazów wydychanych przez organizmy żywe
- Próbki gazów z miejsc trudno dostępnych i niebezpiecznych
- Próbki gazów z instalacji przemysłowych

## Podział analitów w próbkach gazowych

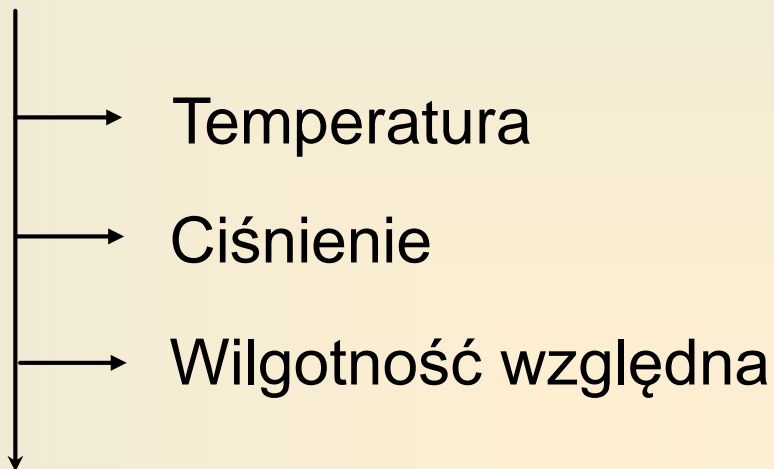


## Podział analitów w próbkach gazowych



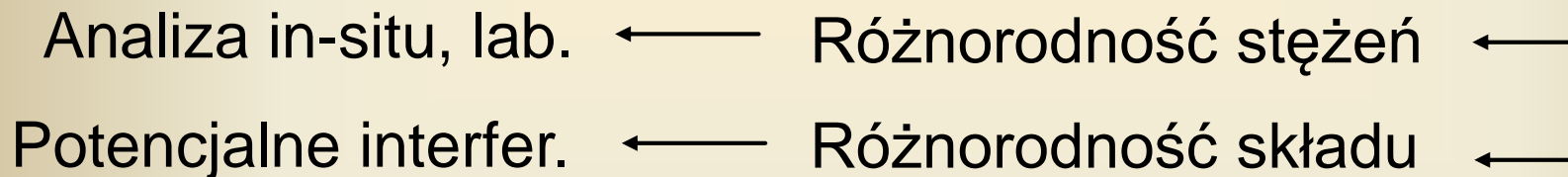
# Najważniejsze parametry fizyczne i chemiczne gazów

## FIZYCZNE



Lotność (VVOC, VOC, SVOC, POM)

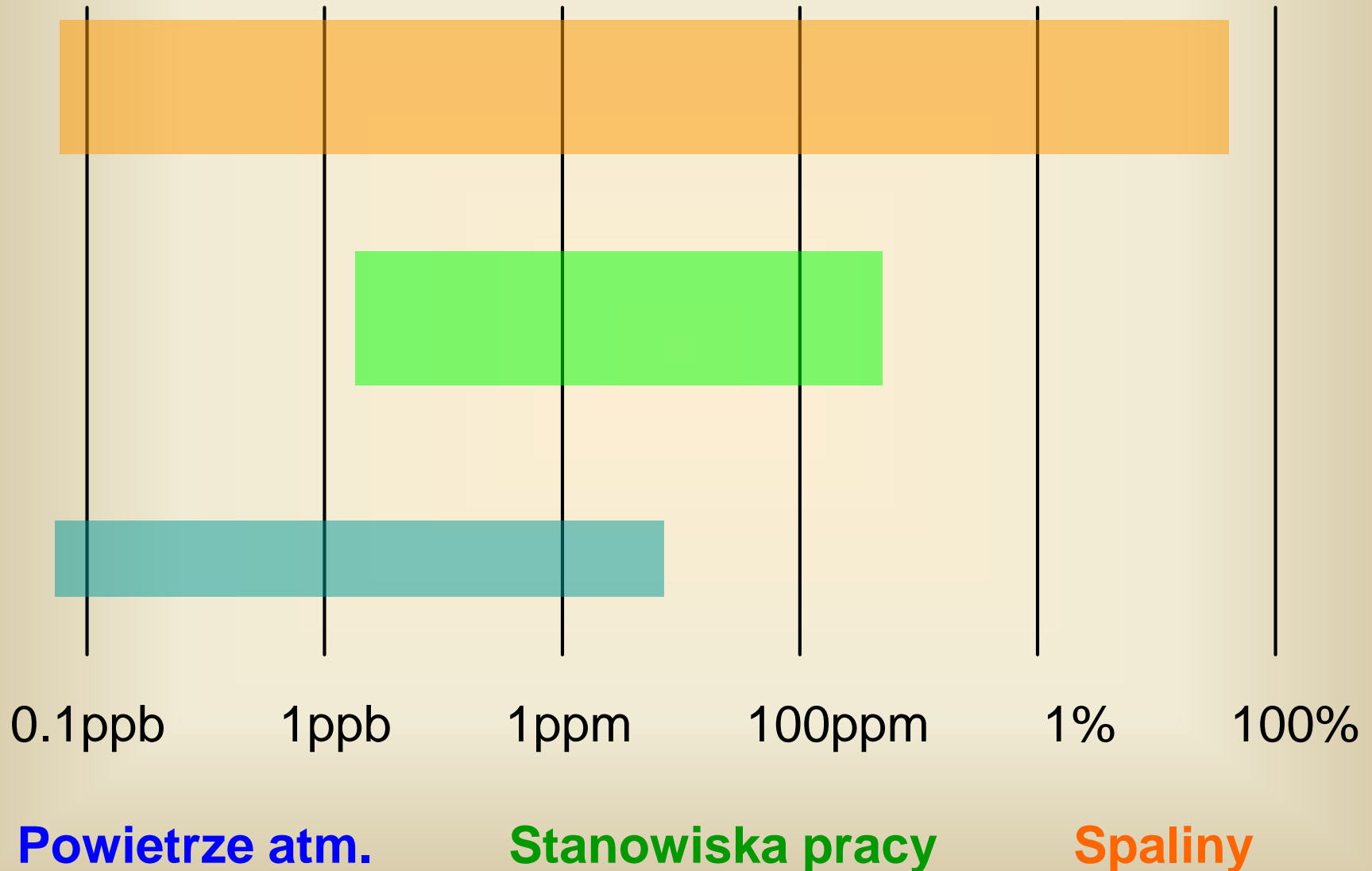
## CHEMICZNE





# Pobieranie próbek gazowych

Zakresy stężeń analitów



# Pobieranie próbek gazowych

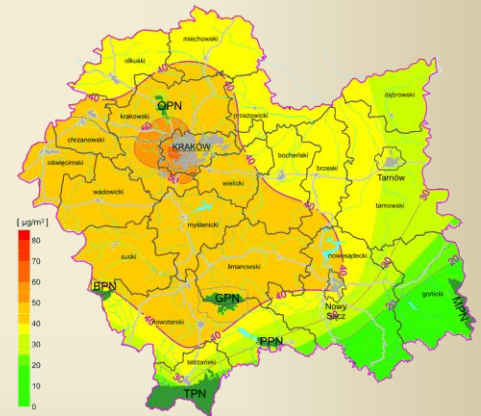
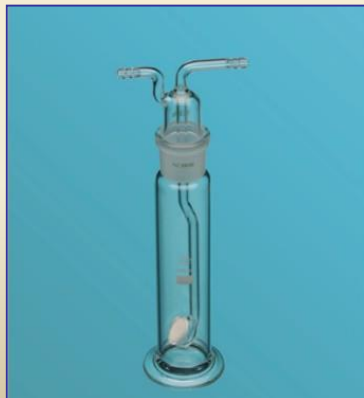
## Metody pobierania próbek gazów

PASYWNE (nadciśnienie, grawitacja)      AKTYWNE (zasysanie)

Sedymentacyjne (osadzanie)

Izolacyjne (worek, pipeta gazowa)

Aspiracyjne (filtr, płuczka)



Dane PIOŚ

# Pobieranie próbek gazowych

## Metody izolacyjne

Ciśnienie wyższe od atm.

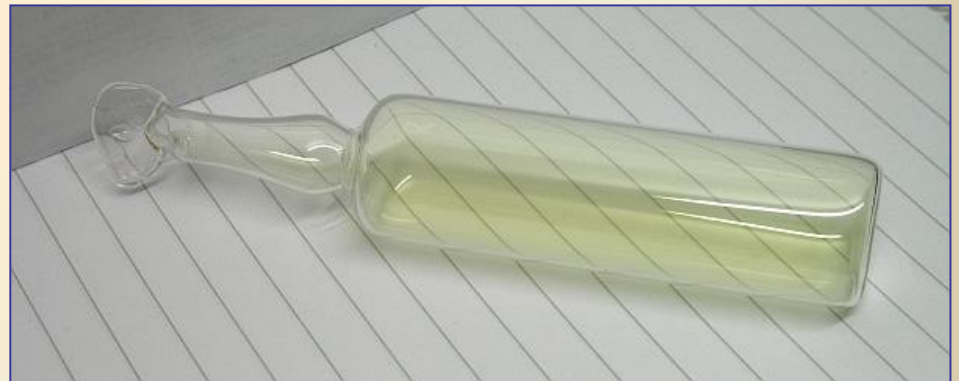


Pipeta gazowa

10 krotna obj. pipety

Ciśnienie atmosferyczne

Technika próżniowa



Ampułki do pobierania gazu

# Pobieranie próbek gazowych

## Metody izolacyjne



Pojemniki stalowe na próbki gazu

# Pobieranie próbek gazowych

## Metody izolacyjne



Worki Tedlar

# Metody aspiracyjne



Aspiratory ręczne

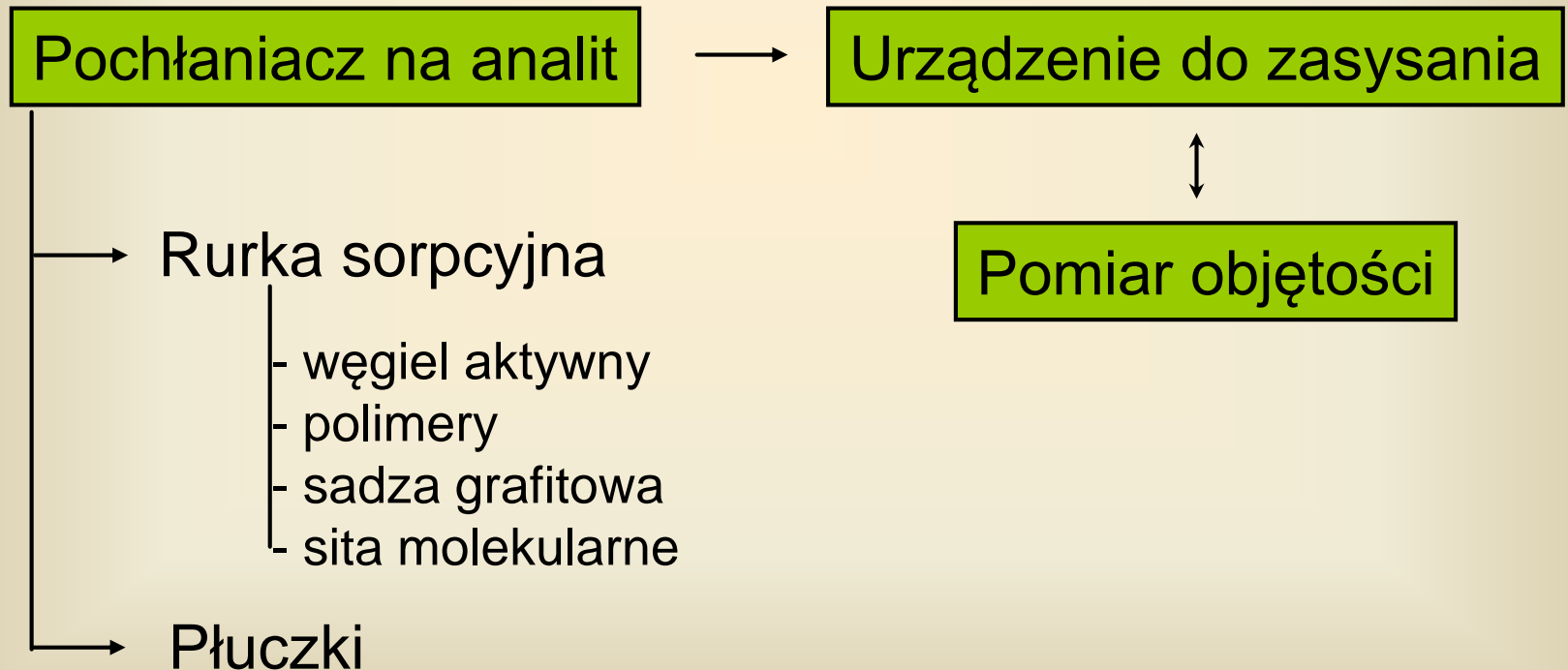
# Metody aspiracyjne



Filtry do pyłu zawieszonego – papierowe,  
włókno szklane, celulozowe

# Metody aspiracyjne

Aspiracja to wymuszony ruch gazu przez ciecz absorpcyjną lub sorbent





# Metody aspiracyjne



Płuczka Zajcewa



Płuczka Dreshla

Przy przepływach do 120l/h typ płuczki nie ma większego wpływu na wydajność pochłaniania

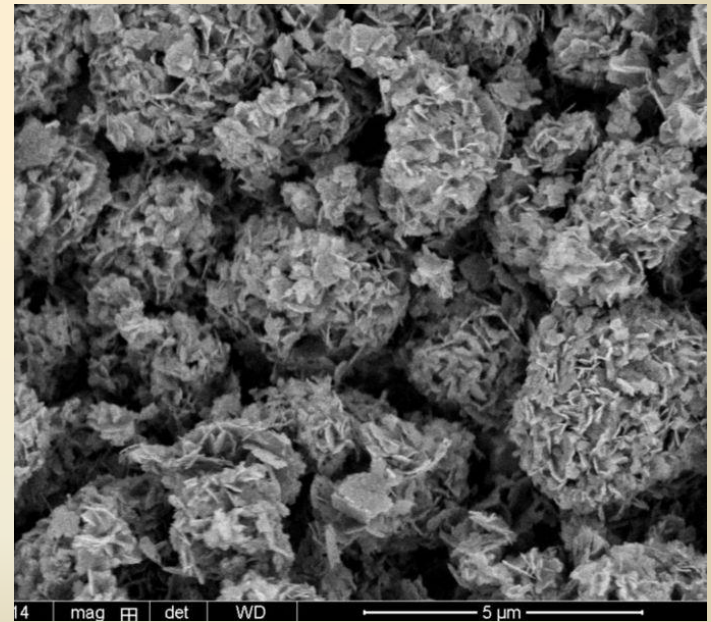


Płuczka z gwintem

## Podwyższenie wydajności płuczki

- chłodzenie płuczki
- zwiększenie wysokości słupa ciecchy
- zastosowanie kilku płuczek szeregowo

**Sita molekularne** – materiały nanoporowate, o ściśle określonym, wąskim zakresie rozmiarów porów, które posiadają zdolność selektywnego absorbowania cząsteczek związków chemicznych.



# Ocena ekspozycji

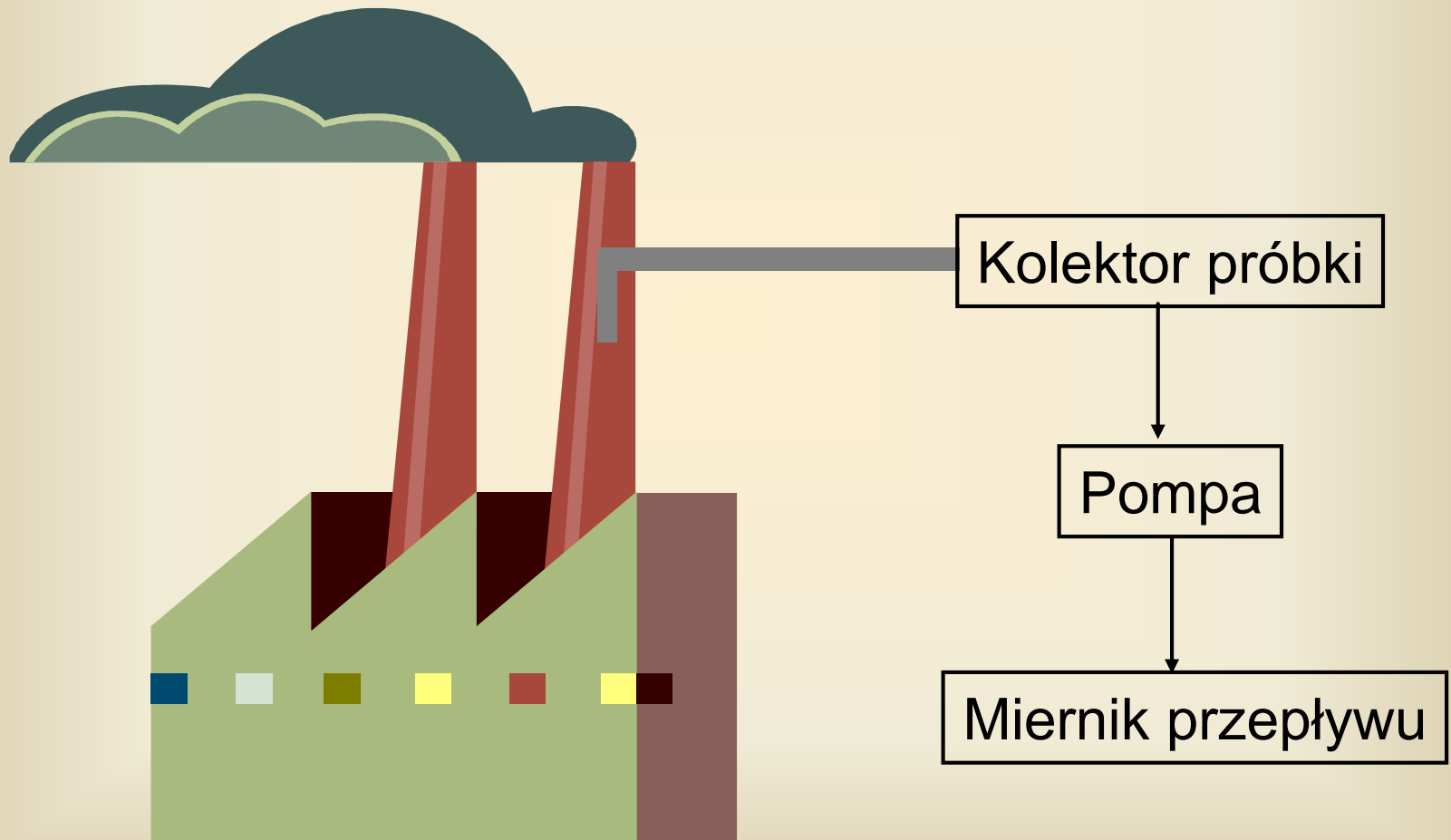


<http://www.sensidyne.com>



<http://www.sensidyne.com>

# Gazy odlotowe



# Podstawowe parametry strumienia spalin

Natężenie przepływu

Temperatura

Ciśnienie

Stężenie zanieczyszczeń

Korozyjność

Palność

Wybuchowość

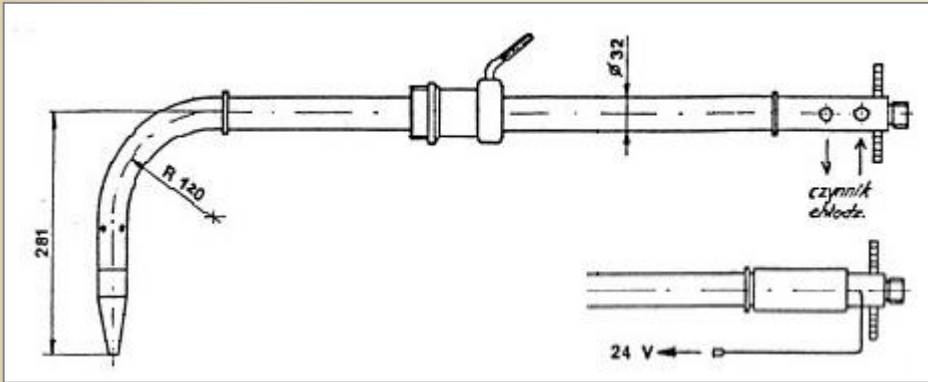
Punkt rosy

# Miejsce pobierania - praktyka



Elektrownia Litvinov (2.05.2019)

# Sondy pomiarowe



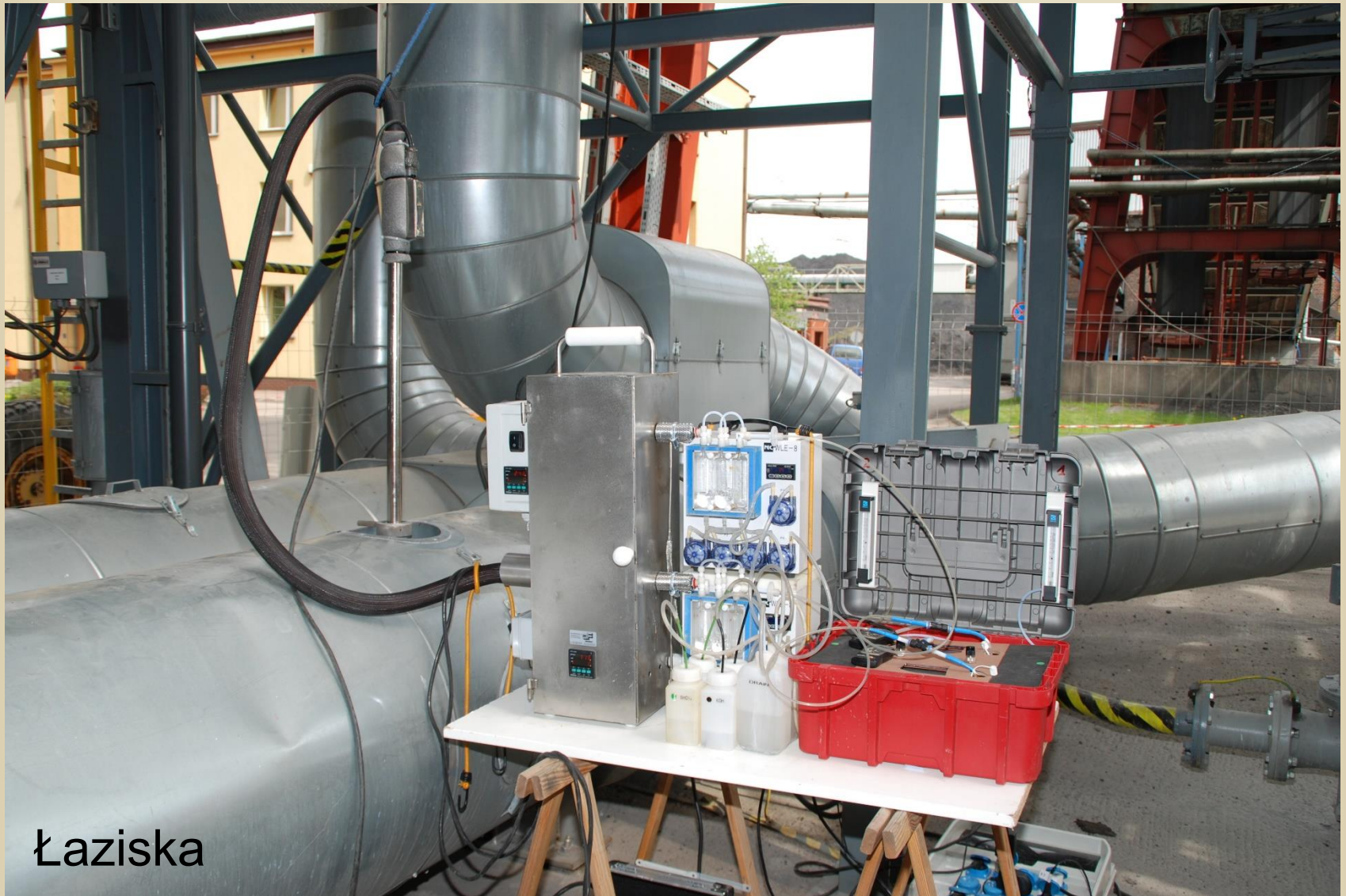
[www.zam.com.pl](http://www.zam.com.pl)



[news.thomasnet.com](http://news.thomasnet.com)

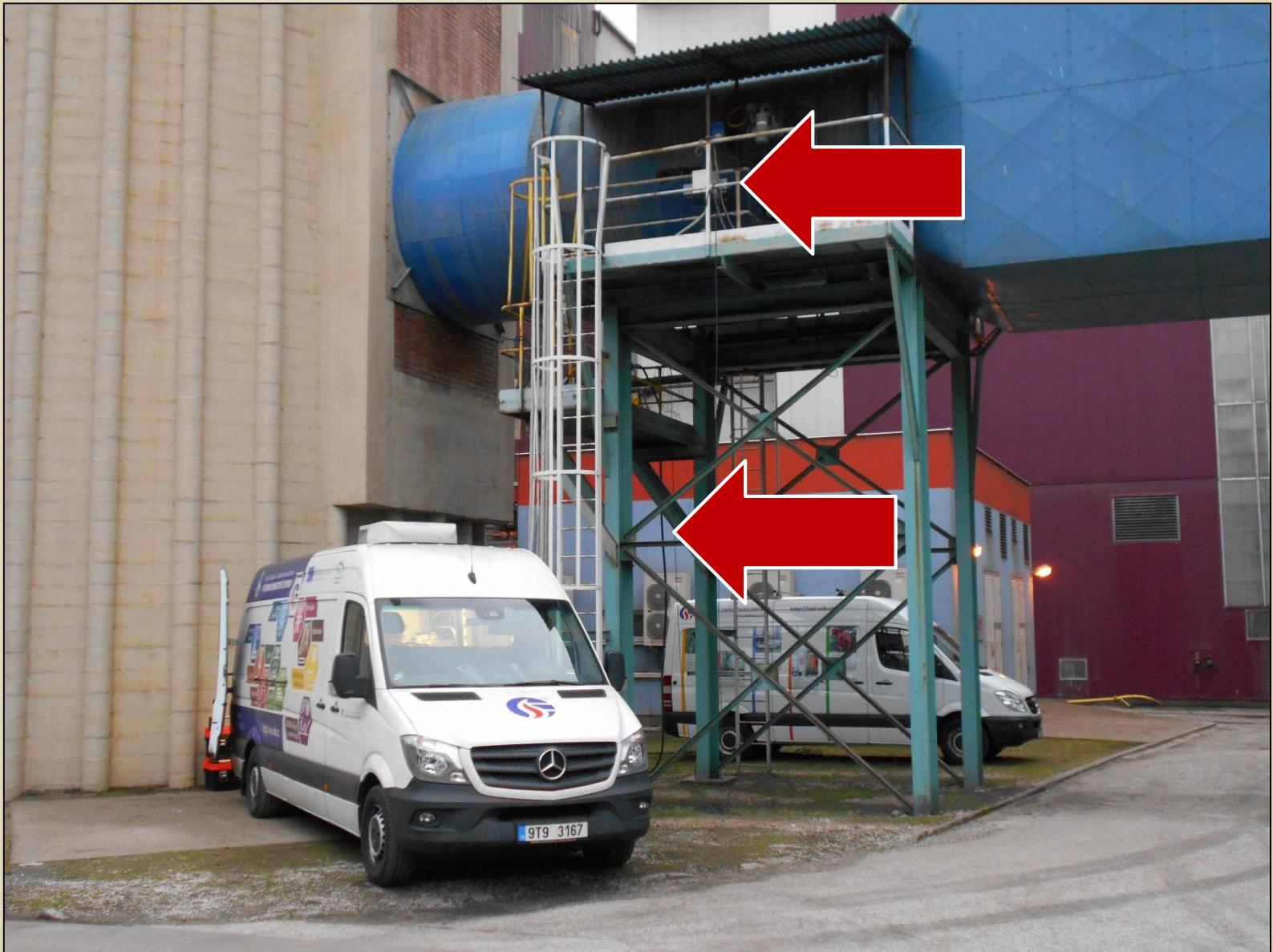






Łaziska





Elektrownia Porici



Zestaw pomiarowy w wozie pomiarowym



Dziękuję za uwagę!