

Odběr vzorků

Volba vzorkovacího nástroje je dána

- Dostupností lokality
- Vlastnostmi vzorkovaného celku
- Charakterem vzorku
- Požadavky na analýzu
- Zvoleným způsobem odběru

Parametry vzorku

- skupenství, a konzistence vzorku
- chemické vlastnosti – žíraviny, organická rozpouštědla, hořlaviny, těkavé látky
- mechanické vlastnosti – tvrdé, soudržné, abrazivní
- mikrobiologické vlastnosti

Typy vzorků a jejich vlastnosti

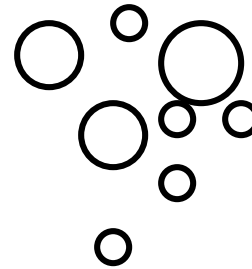
Hornina, zemina



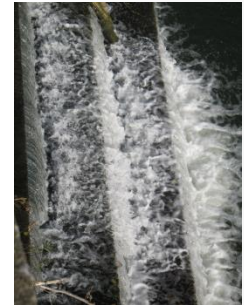
Ropa



Plyn



Voda



Odpad



Biota

Technické prostředky pro vzorkování

Musí být prokazatelně čisté a nesmí ovlivňovat sledované vlastnosti vzorku – křížová kontaminace.

Hlavní příčiny změn vlastnosti vzorku:

- Působení světla
- Změna teploty
- Oxidace vzorku
- Mikrobiologické procesy
- Vysrážení, vymrznutí, odpaření analytu
- Sorpce na stěny vzorkovnice

Opatření:

- Chlazení vzorků
- Včasné dodání do laboratoře
- Konzervace

Vzorkovnice

- Výběr typu a materiálu vzorkovnice je kritickým pro zachování a udržení kvality odebraného vzorku.
- Reaktivita materiálu vzorkovnice - sklo x plast
- Objem vzorkovnice – dostatečné množství vzorku, odpady – problém likvidace,
- Barva vzorkovnice
- Uzávěr vzorkovnice
- Dekontaminace vzorkovnice
- Sledování oběhu vzorkovnic
- Uložení a transport vzorkovnic

Kontaminace původního vzorku

- běžná chyba při všech typech měření a odběrů v životním prostředí.
- náhodně přidáno ke vzorku během vzorkování nebo analýzy = všechny měření jsou v pořádku, ale neodpovídají stavu vzorkované matrice v době odběru vzorku.

Dekontaminace vzorkovnic

V laboratoři – snížení rizika křížové kontaminace, vysoké náklady, náročná logistika

Na lokalitě – neprobíhá za standardních podmínek a ne vždy zaručuje kvalitní provedení, nutno zajistit likvidaci použitých materiálů a chemikálií, kvalitu ověřujeme odběrem kontrolních vzorků



Bezpečnost práce

- zaměstnanec má právo

na zajištění bezpečnosti a ochrany zdraví při práci,

na informace o nevyhnutelných rizicích a o opatřeních na ochranu před jejich působením.

Pro odběry vzorků matric obsahující vysoké koncentrace chemických kontaminantů nutno používat speciální ochranné pomůcky, speciální výcvik osob pro odběr vzorků ze zamořených ploch

- dokumentace z důvodů náhrad za následky úrazů a otrav
- speciální požadavky na způsobilost

Vzorkování

Aktivní vzorkování – odběr za pomoci jiného hnacího mechanismu nežli difúze, dodáním energie.

Pasivní vzorkování – vychází z volného toku molekul vzorkované sloučeniny ze vzorkovaného média do média sběrného, snaha o nastolení rovnovážného stavu.

Spojitě vzorkování – plynulý odběr vzorků z proudu

Nespojitě vzorkování

Vzorkování zemin

Zemina – petrologický pojem vymezující hmotnou podstatu zeminové substance. Jde o nadřazený pojem, kterým je označena jakákoliv hornina, jejíž částice nejsou vzájemně pevně spojeny. Zemina je např. půdní vzorek vyňatý z kteréhokoliv půdního profilu. Základní klasifikační jednotkou při třídění zemin je druh zeminy podle mechanické skladby (zeminy jílovité, písčité apod.), kdežto při třídění půd je to typ půdy podle geneze (černozem, hnědozem, podzol).

Zařízení pro odběr vzorků zemin

- nerezová lopatka
- nerezové stěrky
- ruční vrtná souprava firmy Eijkelkamp
- pedologická sonda

Z hlediska hloubky rozlišujeme:

Povrchové vzorky = 0-15 cm

Podpovrchové = více jak 15 cm pod povrchem

Při odběrech na přítomnost těkavých organických látek jiné podmínky uchování odběru a transportu.

Zpevněný materiál

- Nutné vždy mechanicky narušit vzorkovaný objekt
- Nežádoucí dopady – porušení celistvosti, izolace, narušení statiky

Vzorky z povrchu:

- sekáček, kladivo, vrtačka

Vzorky hlouběji pod povrchem:

- jádrové vrtáky

Nezpevněný materiál

Výběr odběrového zařízení se řídí:

- typem vzorkovaného materiálu, hloubkou odběru
- Lžíce/lopatka
- Ruční vrtáky
- Žlábkový vzorkovač/půdní jehla
- Jádrovač
- Trubicový vzorkovač

Jádrové vzorkovače

- zonálně neporušený vzorek, zachování původní struktury

Rašelinová sonda

- vhodný pro měkké zvodnělé i suché materiály.

Odběr sypkých materiálů

Pro vertikální odběr průměrného vzorku sypkých a zrnitých materiálů po délce vzorkovače.

Odběr vzorků ovzduší

Vzorkovaný plyn je nutné pokládat za **zředěný aerosol** obsahující plynnou fázi, tuhé prachové částice a kapalnou fázi ve formě kapiček nebo zachycenou na povrchu prachových částic. Řada složek je přítomna ve všech fázích a může mezi nimi přecházet a vzájemně spolu reagovat. Složení jednotlivých fází se může měnit i během vzorkování.

Nutné vědět při odběru

- požadovaný typ vzorku (odběr plynu, páry, aerosolu nebo pevné částice)
- jeho předpokládané koncentrace (analýza makro- nebo mikro-složek)

Specifika odběrů plynu

- odběr je neopakovatelný proces
- vzorek je časově i prostorově variabilní, závisí na klimatických faktorech
- není vidět

Techniky odběru ovzduší

Odběr plynné fáze do vzorkovnice s pevným objemem

- plynové vzorkovnice (myši - skleněné byrety s kohoutem nebo septem, plastové vaky s inertním vnitřním povrchem)
- odběrové kontejnery a kanystry

nutná evakuace vnitřního prostoru vzorkovnice před vlastním odběrem

Techniky odběru ovzduší

- sorpce na tuhých sorbentech (silikagel, zeolity, aktivní uhlí, polymerní sorbenty)
- absorpce plynných složek ovzduší pomocí promývačky se skleněnou fritou, které jsou naplněny vhodnou absorpční kapalinou

je nutné kalibrované zařízení na měření objemu

Terénní měření

analyzátory/senzory plynů

Přístroj pro kontinuální měření až 5 druhů plynů.

Doba měření až 20 hodin. Vestavěná pumpa, odběrová hadička 45 m.

Záznam provozních hodnot až 50 hodin, čtení dat na PC.

Váha 1090g.

- **Elektrochemický senzor**
 - vytváří měřicí signál úměrný koncentraci sledovaného plynu, který vzniká reakcí molekul sledovaného plynu s elektrolytem.

- **Polovodičový senzor**
 - nejlevnější řešení, nestanoví exaktní koncentrace CO₂.
 - měření je založeno na změně vodivosti polovodiče (oxidy zinku, cínu, wolframu, india) za přítomnosti cílového plynu.
 - pro hlídání nastavených limitů a signalizaci jejich překročení, a to pouze v nízkých měřicích rozsazích.

Techniky odběru pevných částic ovzduší

respirabilní frakce < 5 μ m

- vysoko objemové vzorkovače
- odběrové filtry křemenné a polyuretanové
- kaskádový a cyklónový impaktor
- univerzální vzorkovač VAPS

Techniky odběru pevných částic ovzduší

- pasivní vzorkovače (náplň PUF, amberlit, semipermeabilní membrána, extrakční disk EMPORE)

Odběr vzorků vod

- voda včetně suspendovaných látek
- sedimenty
- organismy

Typy vod:

- povrchové - stojaté, tekoucí
- podzemní - prameny, vrty
- srážkové
- odpadní
- pitné
- technické

Otázky ?

- hloubka (hladina, vertikální profil)
- homogenita (časová, vertikální stratifikace, podélný gradient)
- frekvence - orientační sledování – 2x ročně, systematické sledování – min. 1x / 4 týdny
- ze břehu, z lodě, potápěč, z vrtu, z ústí odpadní trubky

účel

- kontrola shody s předpisy
- stanovení účinnosti úpravny
- identifikace zdroje znečištění v rozvod. síti
- monitoring koroze v domovní instalaci

Požadované stanovení

- **rozpuštěné plyny** (O₂, Rn) - vyloučení kontaminace vzduchem (Hrbáčkova láhev, Friedinger)
- **organické látky** - plnění bez vzduchových bublin, chlazení → biodegradace X, rychlé zpracování
- **anorganické látky** - vyloučení přítomnosti suspendovaných látek = filtrace, konzervace, chlazení
- **mikrobiologická stanovení** - sterilita, vzduchová bublina
- **biologická stanovení** - toxicita vody, přítomnost a četnost určitých organismů (odběr vzorků prostředí jako celku, koncentrace org. přímo při odběru)

Nástroje pro vzorkování kapaliny a řídkých kalů

Relativní „snadnost“ - reprezentativní vzorek je proměnlivý v čase

Láhev = základní vzorkovač

- ◆ Láhev na tyči
- ◆ Kalovky – zatížené vzorkovnice
- ◆ Meyerova láhev – zatížená láhev se zátkou
- ◆ Hrbáčkova (Dussartova, přepouštěcí) láhev – vzorkovnice je umístěna v zatížené nádobě

Monitoring

opakovaný odběr prostého vzorku

- automatické vzorkovače
- série dílčích vzorků - směsný vzorek
(konzervace, chlazení)

kontinuální monitoring

- ponorné UV spektrometry
- monitorovací sondy

Suspendovaná hmota - plaveniny

Plaveniny – kohezivně spojené částice, < 63 μm (prach a jíly).
< 0,5 μm (příp. 1 μm) koloidní roztok

Plaveniny – jeden z nejdůležitějších transportních prvků anorganických i organických, především lipofilních polutantů v akvatickém prostředí.

- Flokulovaná forma,
- Biofilmy (mikroorganismy (bakterie, řasy, sinice)
- Minerální detrit, jíly, hydroxidy Fe/Mn, black carbon
- Soudržnost extracelulární polymerickou substancí (EPS)

(Buffle et al. 1998, Characklis a Marshall 1990 , Galle et al. 2004 , Gustavson a Gschwend 1997, Liss et al. 1996, Mitra et al. 2002, Perret et al. 1994, Tolve and Young 2001, Vignati et al. 2005)

Metodika vzorkování SPM

1. Filtrace
2. Komorová sedimentace
3. Odstředování

Vzorkování říčních sedimentů

