

Zasady pobierania próbek

Pobieranie próbek jest procesem o zasadniczym znaczeniu dla poprawności wyników badań, wymagającym odpowiedniego zaprogramowania i realizacji. Wyróżnia się trzy podstawowe cele pobierania próbek:

- kontrolę jakości w celu stwierdzenia zgodności badanych parametrów z obowiązującymi wymaganiami, której wyniki służą do podejmowania doraźnych i krótkoterminowych decyzji,

- charakterystykę prób do wyznaczania lub prognozowania zmienności parametrów jakościowych prób w czasie oraz do długookresowych potrzeb kontrolnych,

- identyfikację źródeł lub przyczyn zmian jakości oraz ustalenia okresowości ich pojawiania.

Analitik musi sprecyzować cel badań, który w znacznym stopniu determinuje lokalizację miejsc, czas trwania, częstotliwość i technikę pobierania próby, sposób postępowania z pobranymi próbkami oraz wybór metod analizy.

Wyniki analizy badanego obiektu muszą odzwierciedlać dokładnie tę jego cechę, która jest przedmiotem badania. Ponieważ całego obiektu przeważnie nie można analizować, pobiera się porcję materiału z badanego obiektu – próbę. Próba musi być tak pobrana i wyselekcjonowana, aby możliwie najdokładniej reprezentować cechy badane obiektu w odniesieniu do postawionego problemu, stąd pojęcie próbki reprezentatywnej. Próbka powinna być reprezentatywna w czasie i przestrzeni, czyli odzwierciedlać wszystkie rodzaje zanieczyszczeń, występujące w określonym czasie oraz przestrzeni obiektu. W przypadku niejednorodności obiektu, wymagane jest pobieranie wielu próbek w różnych jego punktach.

Pobieranie próbki reprezentatywnej jest pierwszym etapem procesu analitycznego oraz etapem, którego nie można zweryfikować w kolejnych jego etapach.

by próbka była reprezentatywna musi mieć następujące cechy:

- **powinna być pobierana systematycznie, w określonych, wcześniej zaplanowanych dla procesu analitycznego punktach** (miejsce pobierania próbki poza tym, że powinno być reprezentatywne dla całej emisji zanieczyszczeń, powinno być łatwo dostępne, z możliwością pomiarów, np. przepływu wody lub in., częstotliwość i czas pobierania powinny być zgodne z planem, ustalonym w oparciu o ryzyko przekroczenia wartości dopuszczalnych, zmienność szybkości przepływu zanieczyszczeń, ich skład oraz zmiany wielkości emisji),

- **powinna być pobrana zgodnie ze stosowną procedurą pobierania prób oraz w sposób bezpieczny dla personelu i środowiska** (procedury i instrukcje powinny być przejrzyste, personel przeszkolony, z pozwoleniem na pracę w warunkach pobierania prób, zabezpieczony w ubrania ochronne i odpowiedni sprzęt oraz blokady, jeśli tego wymaga stosowana procedura),

- **nie może być narażona na przypadkowe zanieczyszczenia, ani zanieczyszczenia pomiędzy próbkami,**

- **musi być umieszczona we właściwym pojemniku na próbki i dokładnie zabezpieczona** przed: utratą lotnych składników, reakcjami ze składnikami powietrza (O_2 , CO_2 , H_2O), rozkładem próbki pod wpływem promieniowania UV, degradacją próbki, zmianami wywołanymi efektem katalitycznym.

Właściwe wykonanie procesu pobierania próbek wg zaleceń Amerykańskiej Agencji Ochrony Środowiska EPA (ang. Environmental Protection Agency) składa się z siedmiu kroków. **Pierwszym jest zapoznanie się z planem analizy i procedurą pobierania próbek**, następnym krokiem jest **przygotowanie potrzebnego sprzętu i wyposażenia** oraz **identyfikacja miejsc pobierania próbek**.

Próbki pobiera się dopiero po pełnej identyfikacji miejsc. Sposób pobierania musi być odpowiedni dla rodzaju próbki, **zgodny z zasadami zapewnienia i kontroli jakości**. Następnie **kompletuje się dokumentację miejsc pobierania**. Próbkę **umieszcza się w odpowiednich pojemnikach z etykietami**, na których musi się znaleźć jednoznaczny numer identyfikacyjny próbki oraz może, dla poprawy wiarygodności i wykrywalności, data, czas i miejsce pobierania próbki i in. **Od momentu pobrania, w transporcie do laboratorium, przechowywaniu i przeprowadzaniu analizy, próbce musi towarzyszyć dokument zawierający podstawowe oraz bardziej szczegółowe dane:**

- **jednoznaczny numer identyfikacyjny próbki,**
- **miejsce pobrania próbki,**
- **data i dokładny czas pobierania próbki,**
- **liczba pojemników, do których pobrano próbkę,**
- **skład matrycy (główne składniki),**
- **sposób utrwalenia próbki,**
- **sposób transportu i przechowywania przed dostarczeniem do laboratorium,**
- **wymagany zakres analizy,**
- **protokół pobrania próbki wraz ze schematem obróbki wstępnej przeprowadzonej na**
- **miejscu pobrania,**
- **dane personalne osoby pobierającej próbkę,**
- **inne, istotne dla procesu analitycznego szczegóły.**

Dokumentacja miejsc pobierania oraz wszystkie wymienione informacje o próbce powinny towarzyszyć próbce w czasie całego procesu analitycznego, zgodnie z systemem **Kontroli Pochodzenia Produktu** (ang. Chain of Custody, CoC), zapewniającym śledzenie również wstecz całego procesu, od wyniku do miejsca pobierania próbki. **W procesie analitycznym nie należy uwzględniać próbek, dla których odpowiednie dane nie są dostępne lub nie mogą być określone.**

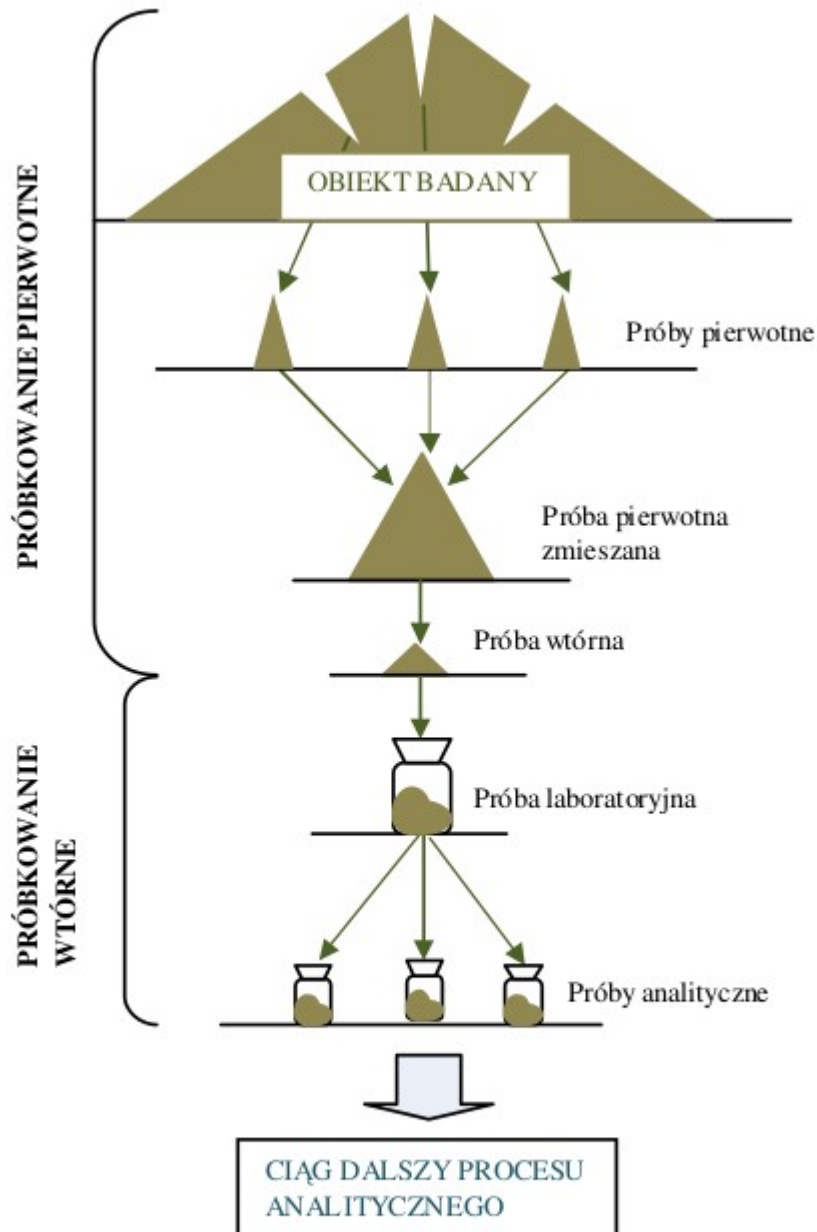
Niezależnie od sposobu pobierania próbek nawet najbardziej poprawnego, różni się ona składem od obiektu badanego. Różnica wynika z heterogeniczności (różnorodności) strukturalnej materiału badanego, wynikającej z właściwości składników, na którą analityk nie ma wpływu oraz z heterogeniczności przestrzennej materiału, którą można zredukować poprzez dokładne mieszanie. Różnica między składem próbki a składem obiektu badanego nosi nazwę **błędu pobierania próbki**.

Rozmieszczenie punktów pobierania prób dla celów monitoringu środowiska uzależnione jest od obiektów badań i ich rozmieszczenia oraz sposobu przenoszenia się i gromadzenia zanieczyszczeń.

Mogą to być miejsca **punktowe**, np. miejsce wypływu ścieków z rur odprowadzających, albo obszarowe, np. teren wokół zakładu przemysłowego lub jezioro o dużej zlewni. **Pierwszym etapem jest nałożenie na badany obszar siatki współrzędnych i podzielenie go na regularne obszary mniejsze tak, aby dokładnie opisać miejsce pobierania próby i umożliwić łatwy sposób przemieszczania się do następnego punktu pobierania.**

Ogólną procedurę pobierania próbek przedstawiono na rysunku 1. Z badanego obiektu pobiera się losowo próbki pierwotne. Liczba próbek pierwotnych zależy od heterogeniczności badanego obiektu, im wyższy jej stopień tym większa liczba próbek pierwotnych. Próbkowanie pierwotne odbywa się

poza laboratorium. Do próbkowania pierwotnego należą również czynności, odbywające się również poza laboratorium, a prowadzące do uśrednienia prób pierwotnych i zmniejszenia do wielkości nadającej się do przeniesienia do laboratorium. W ten sposób powstaje próbka wtórna, którą w laboratorium poddaje się uśrednianiu, uzyskując próbki laboratoryjne. Próbkę laboratoryjną odpowiednio rozdrabnia się (homogenizuje) i odważa, uzyskując kilka równoległych próbek analitycznych, poddawanych procesowi analitycznemu.



Rysunek 1. Procedura pobierania próbek

Obiekty badań analitycznych, jakimi są próbki środowiskowe wykazują dużą różnorodność, określaną przez stan skupienia, skład fazowy, jednorodność, wielkość, twardość, trwałość, lotność i inne. **Cztery podstawowe typy próbek środowiskowych: woda, powietrze, gleba i materiały biologiczne**, przedstawiono w tabeli 1. Próbki środowiskowe mogą być sypkie i w kawałkach, maziste i ciastowate, ciekłe, ciekłe w postaci filmu, zawiesiny, gazowe, aerozole i pyły. Poza tym próbki mogą być żrące, drażniące oraz toksyczne. Właściwości zanieczyszczeń oraz stan skupienia próbek wymuszają odpowiedni sposób postępowania i stosowania odpowiednich przyrządów i urządzeń, zabezpieczających z jednej strony poprawność pobierania próbek a z drugiej strony bezpieczeństwo personelu i środowiska.

Próby powinny być pobierane do właściwych naczyń, niepowodujących kontaminacji próby, adsorpcji czy katalitycznych przemian analitu. Wielkość próbki zależy od rodzaju i liczby przewidywanych do wykonania badań (oznaczeń) oraz rodzaju stosowanych metod analitycznych i powinna umożliwić przynajmniej dwukrotne powtórzenie każdego z planowanych oznaczeń.

Zasady pobierania próbek są dostosowane do obiektu badań i określone normami lub rozporządzeniami ministra.

Tabela 1. Podstawowe rodzaje próbek środowiskowych

Próbki środowiskowe			
Woda	Gazy	Próbki stałe	Materiały biologiczne
Powierzchniowa	Atmosferyczne	Gleba	Żywność
Podziemna	Górnych warstw atmosfery	Osady ściekowe	Odżywki
Opadowa	Wewnętrzne (pomieszczenia)	Osady denne	Leki
Wodociągowa	Na stanowiskach pracy	Pyły (z elektrofiltrów)	Kosmetyki
Mineralna (głębinowa)	Z kominów gazów odlotowych	Pyły lotne	Tkanki roślinne
Energetyczna (kotłowa)	Spalinowe	Ściółka leśna	Tkanki zwierzęce
Przemysłowa	Z instalacji przemysłowych	Odpady niebezpieczne	Płyny ustrojowe
Ścieki przemysłowe	Atmosfera specjalna (okręty podwodne)	Odpady przemysłowe	
Ścieki komunalne	Wydechane przez człowieka	Odpady komunalne	
Film powierzchniowy (rozlewy związków ropopochodnych)	Z miejsc trudno dostępnych i niebezpiecznych	Popioły	
		Śnieg i lód	