

INSTRUKCJA POBIERANIA PRÓBEK GNOJOWICY na podstawie normy PN-B-12098:1997

Definicje:

- próbka pierwotna - próbka o określonej objętości, jednorazowo pobrana w punkcie pobierania próbek przy dowolnym składzie i dowolnym przepływie gnojowicy
- próbka ogólna - próbka o określonej objętości, otrzymana ze zmieszania próbek pierwotnych
- próbka ogólna okresowa średnia - próbka otrzymana ze zmieszania próbek pierwotnych lub ogólnych o określonej objętości, pobieranych w określonych odstępach czasu, np. co 2 h w ciągu zmiany lub co 3 h lub 4 h w ciągu doby.
- próbka laboratoryjna – próbka przeznaczona do badań laboratoryjnych

I. Przed przystąpieniem do pobierania próbek należy ustalić sposób odprowadzania, uzdatniania lub oczyszczania i zagospodarowania gnojowicy.

II. Próbkę gnojowicy przeznaczone do oznaczania (pięciodobowego biochemicznego zapotrzebowania tlenu) BZT5 i tlenu rozpuszczonego pobiera się w pierwszej kolejności.

III. Miejsce pobierania próbek powinno być:

- oddalone od 2 do 5 m od punktów łączenia się kanałów (w zależności od ich długości),
- oddalone od 2 do 3 m od odcinków kanałów, gdzie gromadzą się w nadmiernej ilości osady denne lub przepływ gnojowicy jest wyraźnie zahamowany,
- tak dobrane, aby zapewnić reprezentatywność próbki przez wyeliminowanie wpływu czynników przypadkowych.

IV. Objętość próbek powinna wynosić:

- próbki pierwotnej, jeśli stanowi próbkę do badań fizycznych i chemicznych - co najmniej 1 dm³,
- próbek pierwotnych, jeżeli tworzy się z nich próbkę ogólną lub okresową średnią – nie mniej niż 0,5 dm³.

V. Próbkę należy pobierać według następujących harmonogramów:

- dla określenia ogólnej charakterystyki odprowadzanej gnojowicy - według harmonogramu badań kontrolnych i potrzeb lokalnych,
- dla określenia wartości nawozowej przed jej rolniczym wykorzystaniem – według harmonogramu wywozu gnojowicy,
- dla określenia efektywności działania urządzeń stosowanych do uzdatniania lub oczyszczania gnojowicy – według harmonogramu kontroli technicznej stacji.

VI. Temperaturę gnojowicy należy zmierzyć w punkcie pobierania próbki lub w próbce natychmiast po jej pobraniu.

VII. Do pobierania próbek gnojowicy należy używać następujących naczyń:

- butelki szklane o pojemności 1 000 ÷ 5 000 cm³,
- butelki szklane o pojemności 250 ÷ 300 cm³,
- butelki z polietylenu o pojemności 1 000 ÷ 50 000 cm³,
- cylindry pomiarowe zwykłe o pojemności 250 ÷ 2 000 cm³,
- cylindry pomiarowe z oszlifowanymi korkami o pojemności 250 ÷ 2 000 cm³,
- kanistry z polietylenu o pojemności powyżej 1 000 cm³,
- beczki z polietylenu o pojemności powyżej 5 000 cm³,
- wiadra z polietylenu o pojemności powyżej 10 000 cm³.

VIII. Naczynia, do których pobierane są próbki należy myć roztworem mydła, sody (5- procentowy roztwór o temperaturze 60°C), środkami powierzchniowo czynnymi lub mieszaniną chromową.

IX. Naczynia wymyte odpowiednim środkiem płukać wodą wodociągową, następnie destylowaną lub zdemineralizowaną.

X. Bezpośrednio przed pobraniem próbki, naczynia i aparaturę trzykrotnie przepłukać pobieranym medium.

XI. Naczynia z polietylenu przed pierwszym użyciem napełnić wodą destylowaną lub zdemineralizowaną i pozostawić napełnione co najmniej przez 24 h.

Pobieranie próbek gnojowicy z kanałów odprowadzających

1. Pobieranie próbek z kanałów oprowadzających przy wiązonym systemie chowu zwierząt.

Pobieranie próbek z kanałów o samospływie ciągłym.

- próbki pierwotne należy pobrać bezpośrednio z kanału w odległościach co 5 m na całej długości kanału przesuając się od zamknięcia do ujścia zbiornika,
- pierwszy i ostatni punkt poboru powinien być w odległości od 2 m do 5 m od wylotu kanału,
- w miejscu pobierania próbki gnojowicę w kanale należy wymieszać,
- z jednego punktu pobrać od 5 do 10 próbek pierwotnych, zanurzając naczynie do dna kanału,
- pobrane próbki pierwotne zlać do wspólnego naczynia i po ich wymieszaniu pobrać próbkę laboratoryjną o objętości od 1 dm³ do 3 dm³,

Pobieranie próbek ze studzienki rewizyjnej lub wylotu kanału.

- próbki pobierać w ciągu całej doby w odstępach od 3 h do 4 h wiadrem podstawionym u wylotu kanału
- pobrane próbki pierwotne zlać do wspólnego naczynia i po ich wymieszaniu pobrać próbki ogólne okresowe średnie z których tworzy się próbkę laboratoryjną o objętości od 1 dm³ do 3 dm³,

Pobieranie próbek z kanałów o samospływie okresowym.

Próbki można pobrać:

- bezpośrednio z kanału, tak jak z kanałów o samospływie ciągłym,
- u wylotu w czasie spuszczenia gnojowicy do zbiornika wyrównawczego lub magazynującego. Próbki pierwotne pobierać w krótkich odstępach czasu (minimum trzy próbki na początku, w środku i tuż przed zakończeniem spuszczenia gnojowicy do zbiornika), próbki pierwotne połączyć, tworząc próbkę ogólną.

2. Pobieranie próbek gnojowicy z kanałów odprowadzających przy luźnym systemie chowu zwierząt.

Próbki należy pobierać:

- przy łatwym dostępie, tak jak z kanałów o samospływie ciągłym,
- przy utrudnionym dostępie, tak jak z kanałów o samospływie ciągłym lub jak przy pobieraniu ze zbiorników wyrównawczych.

3. Pobieranie próbek gnojowicy przy mechanicznym usuwaniu gnojowicy z kanałów.

Próbki należy pobrać, tak jak przy pobieraniu próbek ze zbiorników wyrównawczych lub z kanałów przy samospływie ciągłym.

4. Pobieranie próbek z kolektorów zbiorczych.

Próbki należy pobierać tak jak z kanałów o samospływie ciągłym lub jak przy pobieraniu ze zbiorników wyrównawczych.

Pobieranie próbek gnojowicy ze zbiorników wyrównawczych (przepompowni)

- pobrać od 10 do 15 próbek pierwotnych o objętości 1 dm³ w co najmniej czterech różnych punktach zbiornika (po przekątnych),
- próbki te zlać do naczynia i wymieszać, tworząc próbkę ogólną,
- próbki pierwotne pobrać z głębokości 2/3 od górnego lustra gnojowicy.

Pobieranie próbek gnojowicy ze zbiorników głównych – magazynujących

Pobieranie próbek gnojowicy z zamkniętych zbiorników wglębionych w ziemię.

- przed pobraniem próbek, gnojowicę należy dokładnie wymieszać za pomocą mieszadeł mechanicznych, sprężonego powietrza itp.,
- przy pobieraniu próbek na BZT5 i ChZT (chemicznego zapotrzebowania tlenu) nie stosować mieszania sprężonym powietrzem,
- z każdego otworu służącego do opróżniania zbiorników pobrać od trzech do pięciu próbek pierwotnych na całej głębokości, np. co 1 m.
- z jednego zbiornika pobrać jedną próbkę ogólną jak dla zbiorników wyrównawczych lub w przypadku mieszania z zastosowaniem wozów asenizacyjnych.

Pobieranie próbek gnojowicy ze zbiorników otwartych.

- próbki należy pobrać bezpośrednio ze zbiorników pośrednich lub bezpośrednio z beczkowsów,
- zawartość zbiornika dokładnie wymieszać, napełnić zbiornik wyrównawczy
- pobrać próbkę pierwotną o objętości co najmniej 1 dm³

- liczba próbek pierwotnych zależy od wielkości pojemności zbiornika (ze zbiorników o objętości 10 m³ należy pobrać pięć próbek pierwotnych, ze zbiorników powyżej 10 m³ należy pobrać do dziesięciu próbek o pojemności 1 dm³).
- próbki pierwotne należy pobierać po wywiezieniu określonej, zawsze jednakowej ilości gnojowicy,
- przy wywożeniu gnojowicy ze zbiorników na pola wozami asenizacyjnymi próbki pierwotne można pobierać, bezpośrednio z beczkowozów.

Pobieranie próbek gnojowicy z beczkowozów

- próbki pobiera się bezpośrednio z beczkowozów,
- z jednego beczkowozu pobrać jedną próbkę pierwotną,
- próbkę pobierać po opróżnieniu 1/3 beczkowozu, podstawiając u wylotu wiadro,
- z wiadra z gnojowicą pobrać próbkę pierwotną o objętości co najmniej 1 dm³,
- w zależności od liczby wywożonych beczkowozów próbki pierwotne należy pobrać:
 - a) do 5 beczkowozów – z każdego beczkowozu,
 - b) do 10 beczkowozów – z co drugiego beczkowozu,
 - c) od 10 do 50 beczkowozów – z co piątego beczkowozu,
 - d) powyżej 50 beczkowozów – z co dziesiątego beczkowozu,

Pobieranie próbek gnojowicy ze stacji uzdatniania przed wykorzystaniem jej do celów rolniczych

Metoda dotyczy stacji wstępnego uzdatniania gnojowicy przed wykorzystaniem jej do celów rolniczych dla określenia wartości nawozowej lub ustalenia sprawności stosowanych urządzeń technologicznych. Sposób i miejsce pobierania próbek uzależnia się od celu i zakresu badań fizycznych i chemicznych.

Pobieranie próbek przy stosowaniu procesów rozdrabniania.

- w celu określenia wartości nawozowej, próbkę należy pobrać po rozdrobnieniu w urządzeniu rozdrabniającym bezpośrednio ze zbiornika wyrównawczego, tak jak przy pobieraniu próbek gnojowicy ze zbiorników wyrównawczych lub z beczkowozów tuż przed wywożeniem jej na pola.
- w celu określenia sprawności działania urządzenia rozdrabniającego, próbkę należy pobrać z kanałów odprowadzających, przed rozdrobnieniem w urządzeniu rozdrabniającym, tak jak przy pobieraniu próbek z kanałów o samospływie ciągłym i ze zbiornika wyrównawczego lub magazynującego.

Pobieranie próbek przy stosowaniu procesów homogenizacji.

- do określenia wartości nawozowej próbkę należy pobrać w czasie prowadzenia procesu homogenizacji tuż przed rolniczym wykorzystaniem gnojowicy w taki sposób jak przy pobieraniu próbek ze zbiorników otwartych.
 - do określenia sprawności urządzeń do homogenizacji próbkę należy pobrać przed uruchomieniem procesu i po zakończonym procesie homogenizacji w taki sposób jak przy pobieraniu próbek ze zbiorników otwartych.
- Próbki należy pobrać w odległości co najmniej 1,0 m od homogenizatora i 0,5 m od ściany zbiornika i przynajmniej w czterech punktach pobierania próbek.

Pobieranie próbek przy stosowaniu procesu separacji.

- do określenia wartości nawozowej fazy ciekłej zmagazynowanej w zbiorniku, próbkę należy pobrać tak jak przy pobieraniu próbek ze zbiorników otwartych tuż przed wywożeniem jej na pola lub bezpośrednio na odpływie z urządzeń oddzielających; w tym przypadku należy pobrać próbkę ogólną okresową.
- do określenia sprawności urządzeń stosowanych do separacji należy pobrać ogólną próbkę okresową średnią na doprowadzeniu do urządzenia tak jak przy pobieraniu próbek z kanałów o samospływie ciągłym lub przy pobieraniu próbek ze zbiorników wyrównawczych. Na wylocie z urządzenia pobiera się frakcję płynną tak jak przy pobieraniu próbek przy stosowaniu procesu separacji a frakcję stałą tak jak przy pobieraniu próbek świeżych osadów stałych.

Pobieranie próbek przy stosowaniu procesów separacji i napowietrzania.

- do określenia wartości nawozowej próbkę należy pobrać bezpośrednio przed wywozem gnojowicy na pola tak jak przy pobieraniu próbek ze zbiorników otwartych.
- do określenia sprawności urządzeń do separacji próbkę pobiera się tak jak przy stosowaniu procesu separacji, w celu określenia sprawności urządzeń do napowietrzania próbki pobiera się tak jak przy stosowaniu procesów homogenizacji lub jak przy pobieraniu próbek ze zbiorników otwartych.

Pobieranie próbek z urządzeń technologicznych oczyszczalni

Pobieranie próbek do kontroli efektów działania oczyszczalni.

Próbkę ogólną okresową średnią należy pobrać z następujących miejsc:

- z kanału lub przewodu doprowadzającego gnojowicę surową do oczyszczalni,
- z kanału odprowadzającego oczyszczoną gnojowicę do odbiornika.

Pobieranie próbek w celu kontroli efektów technologicznych oczyszczalni.

Próbkę ogólną średnią należy pobrać z następujących miejsc:

- z przewodu doprowadzającego ścieki do pojedynczego urządzenia, zespołu lub grupy urządzeń,
- z przewodu odprowadzającego oczyszczoną gnojowicę z pojedynczego urządzenia, zespołu lub grupy urządzeń,
- z określonego charakterystycznego punktu przekroju poziomego lub pionowego urządzenia.

Z tak pobranych próbek przygotowuje się próbkę do analizy fizycznej lub chemicznej. Dopuszcza się tworzenie tej próbki z jednej próbki pobranej za urządzeniem albo z zestawu dwóch próbek pobranych w odstępie czasu równym czasowi przebywania oczyszczonej gnojowicy w urządzeniach.

Określanie czasu przepływu gnojowicy przez urządzenia technologiczne przy pobieraniu próbek proporcjonalnych

Przystępując do pobierania próbek gnojowicy należy obliczyć przybliżony czas, w którym gnojowica znajduje się w kontrolowanym urządzeniu. Dla urządzeń stanowiących różnego rodzaju zbiorniki należy określić doświadczalnie rzeczywisty czas przebywania w nich gnojowicy. Orientacyjnie ten czas (t) obliczyć w godzinach z wzoru:

$$t = 0,75 * V / Q1 + Q2$$

w którym:

V - pojemność danego urządzenia (w przypadku osadnika - ta część pojemności urządzenia, którą zajmuje gnojowica), w metrach sześciennych,

Q1 — dopływ gnojowicy do urządzenia, w metrach sześciennych na godzinę,

Q2 — dopływ do urządzenia zawracanego osadu czynnego lub recyrkulowanego (dla komór z osadem czynnym), recyrkulowanej oczyszczonej gnojowicy itp., w metrach sześciennych na godzinę.

Czas, podczas którego gnojowica znajduje się na złożach biologicznych, przyjmuje się doświadczalnie za równy oznaczonemu czasowi przejścia cieczy przez złożę.

a) Kolejność pobierania próbek.

Przy określaniu efektywności urządzeń pojedynczych, zespołu lub grupy urządzeń, stacji uzdatniania lub oczyszczalni próbki pobiera się w pierwszej kolejności przed urządzeniem, po upływie czasu, podczas którego gnojowica znajduje się w danym urządzeniu.

b) Pobieranie próbek do oznaczania tlenu rozpuszczonego w komorach z osadem czynnym.

- tlen można oznaczyć bezpośrednio w komorach napowietrzania za pomocą czujnika tlenowego lub pobierając próbki z zastosowaniem specjalnego urządzenia do pobierania próbek w którym należy umieścić dwie zakorkowane butelki o pojemności od 250 cm³ do 300 cm³,

- korki powinny być zaopatrzone w rurki szklane, z których jedna, sięgająca dna, służy do napełnienia butelki, druga, krótsza, zakończona tuż przed korkiem, służy do odprowadzenia powietrza,

- do butelek należy wlać substancję do zatrucia osadu czynnego, np. 5-pro-centowy chlorek rtęciowy,

- próbki należy pobierać, zanurzając szybko butelki na żadaną głębokość komory,

- do oznaczania tlenu pobiera się próbkę pierwotną, która jednocześnie jest próbką do badań laboratoryjnych,

- pobraną próbkę należy natychmiast utrwalić dodając 1 cm³ roztworu siarczanu manganu oraz bezpośrednio po tym 2 cm³ alkalicznego roztworu jodku potasu i azydku sodu według metody Winklera.
- c) Pobieranie próbek w celu kontroli efektywności natleniania gnojowicy w komorach z osadem czynnym.
- Próbki należy pobierać w następujący sposób:
- w przypadku komór prostokątnych o przepływie spiralnym - z głębokości 0,3 m, w punkcie zlokalizowanym w odległości 0,5 m od ściany przeciwległej do urządzenia napowietrzającego,
 - w przypadku komór pełnego mieszania zaopatrzonych w turbiny napowietrzające - z głębokości 0,3 m, w dwóch punktach zlokalizowanych w odległości 1,0 m od turbiny napowietrzającej oraz 0,5 m od zewnętrznej ściany komory,
 - w przypadku rowów cyrkulacyjnych - z głębokości 0,3 m w połowie szerokości rowu, w odległości 1,0 m przed i za turbiną napowietrzającą.

Pobieranie próbek osadów gnojowicowych

Rodzaje osadów.

Przy pobieraniu próbek wyróżnia się dwa rodzaje osadów:

- osady o konsystencji stałej - frakcja stała gnojowicy, uzyskana w procesach separacji gnojowicy na urządzeniach mechanicznych,
- osady o konsystencji płynnej, otrzymane w procesach sedymentacji.

Pobieranie próbek świeżych osadów stałych.

- świeże osady gnojowicowe pobiera się bezpośrednio po opróżnieniu urządzeń mechanicznych,
- należy pobierać próbki pierwotne o masie od 0,5 kg do 1,0 kg (od 0,5 dm³ do 1,0 dm³) w ciągu doby, w odstępach od 3 h do 4 h lub w ciągu jednej zmiany w odstępach od 1 h do 2 h.
- próbki pierwotne składa się do wspólnego naczynia, miesza i pobiera próbkę ogólną średnią okresową o masie przynajmniej 1 kg (próbka do analizy).

Pobieranie próbek osadów gnojowicowych składowanych na hałdach.

Pobieranie próbek pierwotnych.

- próbki należy pobrać za pomocą świdrów lub za pomocą łopaty,
- zdjąć cienką warstwę osadu,
- pobrać próbki pierwotne o masie nie mniejszej niż 0,5 kg na całej długości przyzmy z różnych punktów
- w zależności od wielkości hałdy, próbki pierwotne pobrać z następującej liczby punktów:
 - a) od 1 m³ do 5 m³ - z trzech,
 - b) od 5 m³ do 20 m³ - z pięciu,
 - c) od 20 m³ do 50 m³ - z dziesięciu,
 - d) od 50 m³ do 100 m³ - z piętnastu.

Przygotowanie próbki ogólnej.

- próbki pierwotne należy wysypać na odpowiednio dużą powierzchnię (folię, stół itp.),
- dobrze wymieszać,
- pobrać próbkę ogólną o masie 0,5 kg do 1,0 kg (próbka laboratoryjna),
- włożyć próbkę do szczelnego naczynia lub woreczka foliowego,

Pobieranie próbek osadów gnojowicowych o konsystencji płynnej.

Sposób pobierania próbek

- a) próbki ze studzienek rewizyjnych należy pobrać za pomocą czerpaka na drążku rewizyjnym:
 - próbki pierwotne pobrać z następującą częstotliwością: jeżeli okres odprowadzania osadu nie przekracza 1 h, pobiera się trzy próbki pierwotne na początku, w środku i na końcu tego okresu. Jeżeli czas odprowadzania jest dłuższy niż 1 h, próbki pierwotne należy pobierać tak, aby czas między pobraniem dwóch kolejnych próbek w przybliżeniu wynosił około 0,5 h.
 - pobrane próbki pierwotne zlać do butelek,
 - próbkę pierwotną odmierzyć naczyniem pomiarowym o pojemności 1 dm³ osadu

- osad przelać do kanistra z polietylenu
 - dokładnie wymieszać
 - odlać próbkę o objętości od 2 dm³ do 3 dm³ do analizy fizycznej i chemicznej.
- b) próbki w przypadku bezpośredniego wypompowywania osadu z urządzeń należy pobrać z zaworu na przewodzie tłocznym:
- po uruchomieniu pompy należy otworzyć zawór przeznaczony do pobierania próbek osadu i spuścić do wiadra taką ilość, która odpowiada „martwej” części przewodów przeznaczonych do pobierania próbek
 - próbkę średnią przygotować w ten sam sposób jak przy pobieraniu próbek ze studzienek rewizyjnych,
 - częstotliwość pobierania próbek taka jak przy pobieraniu osadu ze studzienek rewizyjnych.
- c) próbki z otwartych kanałów i zbiorników gnojowicowych należy pobrać za pomocą czepaka Eckmana:
- czepak zanurzyć na dowolną głębokość,
 - pobraną próbkę przelać do wiadra i odmierzyć od 1,5 dm³ do 2 dm³ osadu do kanistra,
 - próbkę ogólną przygotować jak przy pobieraniu próbek ze studzienek rewizyjnych.
- d) próbki ze zbiorników osadu pobrać w całym przekroju pionowym.

Wielkość próbek.

- objętość pobranej próbki osadu powinna wynosić od 1,5 dm³ do 2 dm³
- objętość próbki średniej ogólnej uzależniona jest od ilości miejsc pobranych próbek jednorazowych o jednakowej objętości
- objętość próbki do analizy fizycznej i chemicznej powinna wynosić od 2 dm³ do 3 dm³.

Przygotowanie, transport i przechowywanie próbek do analizy fizycznej i chemicznej

Dopuszczalny czas od momentu pobrania próbki do chwili wykonania oznaczeń. Jeżeli dopuszczalnego czasu od momentu pobrania próbki do chwili wykonania oznaczeń nie określają szczegółowe przepisy normatywne dotyczące metod badań, ustala się go następująco:

- badania temperatury gnojowicy, temperatury powietrza, odczynu pH należy wykonać w czasie pobierania próbek,
- badania azotu ogólnego i jego form, ChZT, BZT5, zawiesiny łatwo opadającej, indeksu objętościowego osadu należy wykonać w laboratorium, w dniu pobrania próbki,
- badania fosforanów, potasu, wapnia, magnezu, sodu mogą być wykonywane w dniach następnym, pod warunkiem, że próbki są przechowywane w chłodziarce.

Naczynia do przewożenia próbek.

- należy użyć naczyń z polietylenu, zamkniętych nakrętkami z tej samej masy,
- naczynia napełnić gnojowicą do 2/3 objętości.

Znakowanie naczyń do pobierania próbek.

- naczynia do pobierania próbek powinny być opisane (numer, miejsce pobrania i rodzaj próbki, dzień i godzinę pobrania próbki oraz jej przeznaczenie do planowanych oznaczeń),
- do próbki należy dołączyć protokół pobrania próbki według załączonego wzoru formularza,
- naczynie należy oznaczyć trwałym numerem.

Pakowanie i transport próbek - naczynia z próbkami należy umieścić w skrzynce lub koszu w taki sposób aby zapobiec zniszczeniu próbek.

Przechowywanie próbek - w chłodziarce w temperaturze do 10°C, optymalna temperatura to 0°C - 4°C.

Postępowanie z próbką sfermentowaną w czasie transportu.

- naczynie z próbką sfermentowaną należy ostrożnie otworzyć lub umieścić w chłodziarce i dopiero otworzyć po ustąpieniu napięcia ścian naczynia.