

ZASTRZEŻONE**WOJSKOWY INSTYTUT TECHNICZNY UZBROJENIA****LABORATORIUM INSTYTUTU-ZESPÓŁ LABORATORIÓW BADAWCZYCH**

ul. Prym. S. Wyszyńskiego 7, 05-220 Zielonka, tel. 7614422, fax 7614445
akredytowane przez Polskie Centrum Badań i Certyfikacji,
posiada certyfikat akredytacji NR AB 171

LABORATORIUM BADAŃ ŚRODKÓW BOJOWYCH

**Sprawozdania z analizy chemicznej materiałów
pobranych z terenów po byłych Zakładach Tworzyw
Sztucznych „Pronit” S.A w Pionkach**

Nr. LBŚB/03/15

NUMER UMOWY
(POTWIERDZENIA)
712/2015/B213/308/00

Data sporządzenia sprawozdania:
19.11.2015 r

1. Nazwa i adres klienta

Urząd miasta Pionki, ul. Aleja Jana Pawła II 15, 26-670 Pionki

2. Identyfikacja i opis badanego wyrobu, stanu technicznego wyrobu

Zgodnie z potwierdzeniem 712/2015/B213/308/00 z dn. 26.10.2015 dokonano pobrania próbek materiałów z terenów po byłych zakładach produkcyjnych w Pionkach.

3. Data

Otrzymania pobrania próbek: 3-4.11.2015 r.

Rozpoczęcia badań: 5.11.2015 r.

Zakończenia badań: 19.11.2015 r.

Sporządzenia sprawozdania: 19.11.2015 r.

4. Identyfikacja zakresu badań i opis zastosowanych metod norm oraz procedur badawczych.

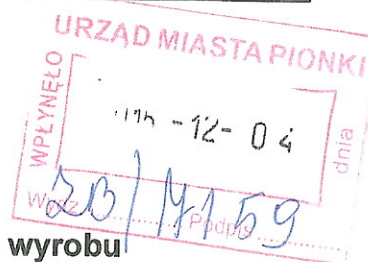
Dokumenty odniesienia wg których zostały sporządzone badania

WITU.PO.03 – Procedura ogólna. Pobieranie próbek i postępowanie z próbkami i/lub obiektami do badań

WITU.PO.04 – Procedura ogólna. Postępowanie z wyposażeniem pomiarowym i badawczym;

LBŚB.PB.47 – Określanie właściwości termicznych związków chemicznych i ich mieszanin za pomocą mikrokalorymetrii skaningowej.

LBŚB.PB. 71- Identyfikacja związków chemicznych za pomocą spektrometrii w podczerwieni z transformacją Fouriera (FT-IR).



Oznaczenie sprawozdania z badań	Podpis prowadzącego badania	Strona/stron	Egz.
LBŚB/03/15		1 z 23	1

7614445



Zdjęcie 20,21. Próbka nr 44 (025 zał. 1) – próbka pobrana terenów znajdujących się w pobliżu zbiorników wodnych.

8.3 Analiza chemiczna pobranych próbek.

Do identyfikacji pobranych do analizy prób zastosowano technikę spektroskopii w podczerwieni z transformacją Fouriera (FT-IR). Za pomocą tej metody możliwe jest określenie grup funkcyjnych obecnych w analizowanym związku i na podstawie bazy widm wzorcowych z bardzo dużym prawdopodobieństwem można określić strukturę związku chemicznego. Metodę tą zastosowano do wszystkich pobranych próbek, jedynie w przypadku w którym nie było jasności co do rezultatu wykonano analizę drugą techniką DSC. Wykorzystane wyposażenie pomiarowe posiadało ważny status metrologiczny



8.4 Zakres analiz

Analizę IR przeprowadzono w zakresie dł. fali od 300 cm^{-1} do 4000 cm^{-1} . Dla analizy DSC wyznaczone zostały wartości następujących parametrów charakteryzujących przemianę fizykochemiczną:

- temperatura onset (T_{onset}), w której w badanym materiale rozpoczyna się wydzielanie lub pochłanianie dostarczanej energii, wyrażona w $^{\circ}\text{C}$;
- temperatura maksimum piku (T_{max}), w której szybkość danego procesu jest największa, wyrażona w $^{\circ}\text{C}$;
- energia reakcji (Q), pole powierzchni pod danym pikiem, wyrażona w J/g.

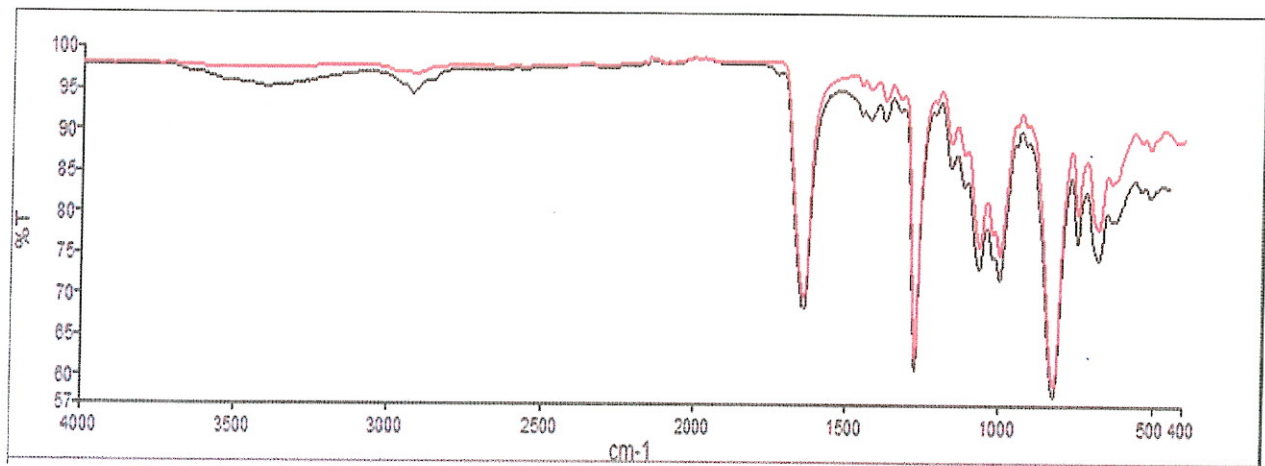
8.5 Wyniki analiz

Wyniki analiz IR pobranych próbek przedstawiono na poniższych wykresach. Dla każdej z próbek zamieszczono uzyskane spektrogramy i nałożono z wykresami uzyskanymi dla wzorca nitrocelulozy (NC). W przypadku niejasnych wyników wykonano dodatkowo analizy DCS oraz TG w celu stwierdzenia tożsamości substancji.

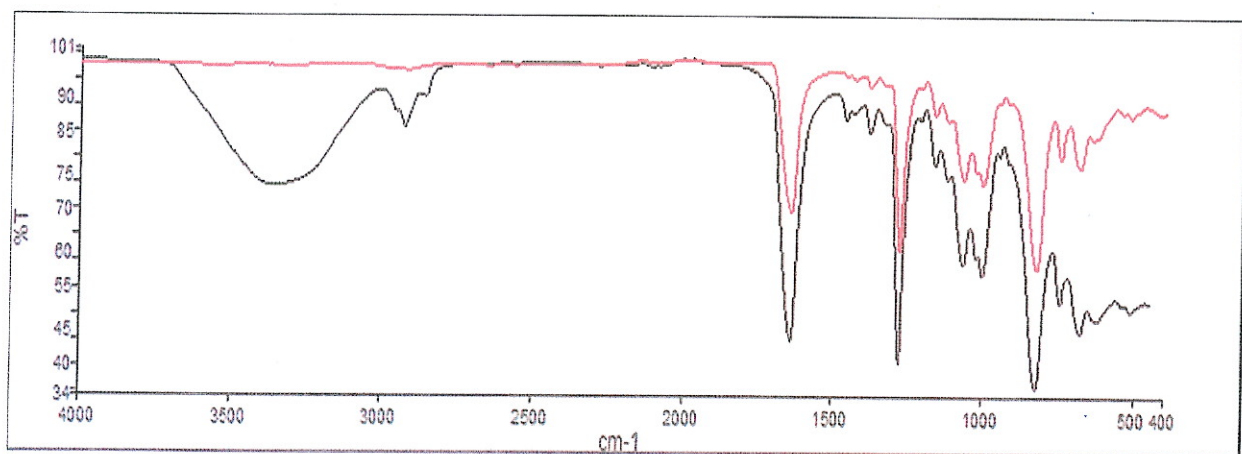
Oznaczenie sprawozdania z badań LBŚB/03/15	Podpis prowadzącego badania 	Strona/stron 13 z 23	Egz. 
--	--	--------------------------------	---

- Poniższe wykresy przedstawiają wybrane wyniki próbek w których stwierdzono obecność nitrocelulozy (NC).



Na wykresach 1-9 kolorem czerwonym oznaczono wzorec nitrocelulozy, natomiast kolorem czarnym oznaczono badana próbkę.

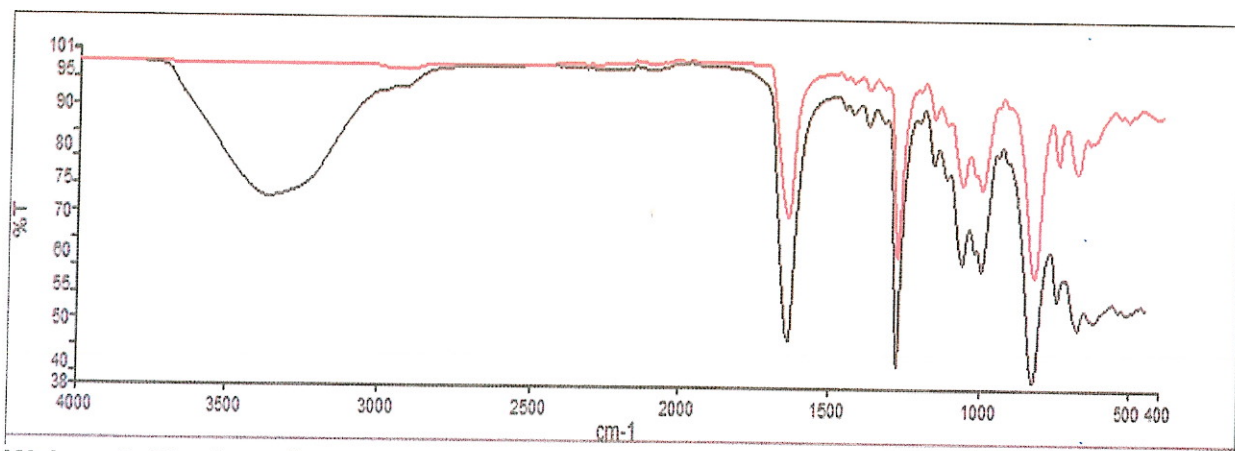


Wykres 1. Wynik analizy próbki nr 1.

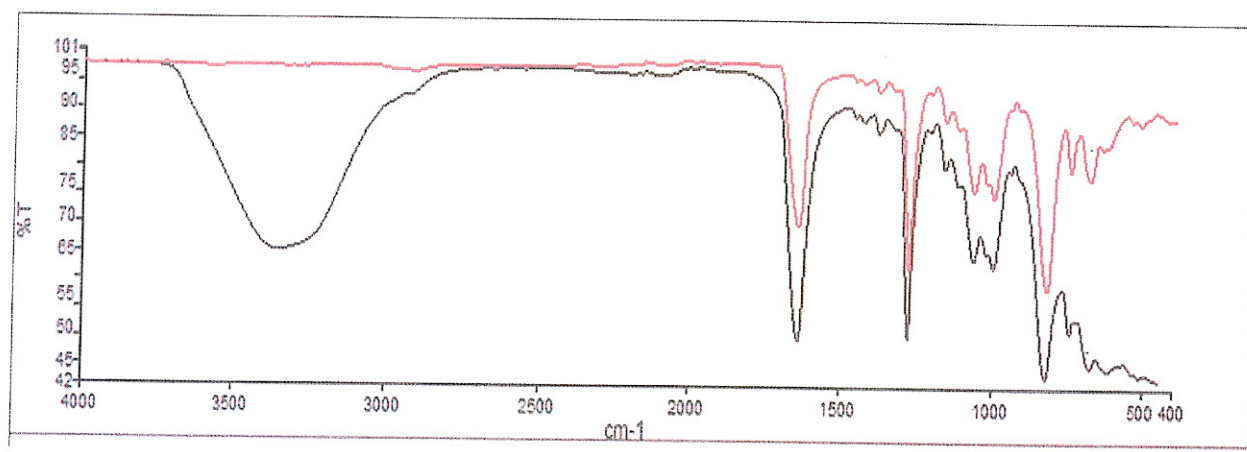


Wykres 2. Wynik analizy próbki nr 2.

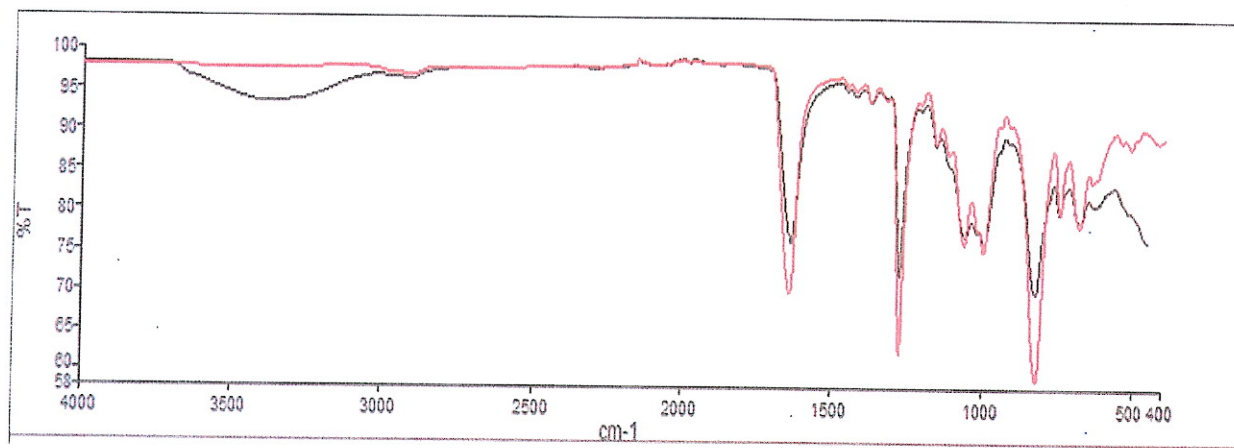
Oznaczenie sprawozdania z badań LBŚB/03/15	Podpis prowadzącego badania 	Strona/stron 14 z 23	Egz. 
--	--	--------------------------------	---





Wykres 3. Wynik analizy próbki nr 5.

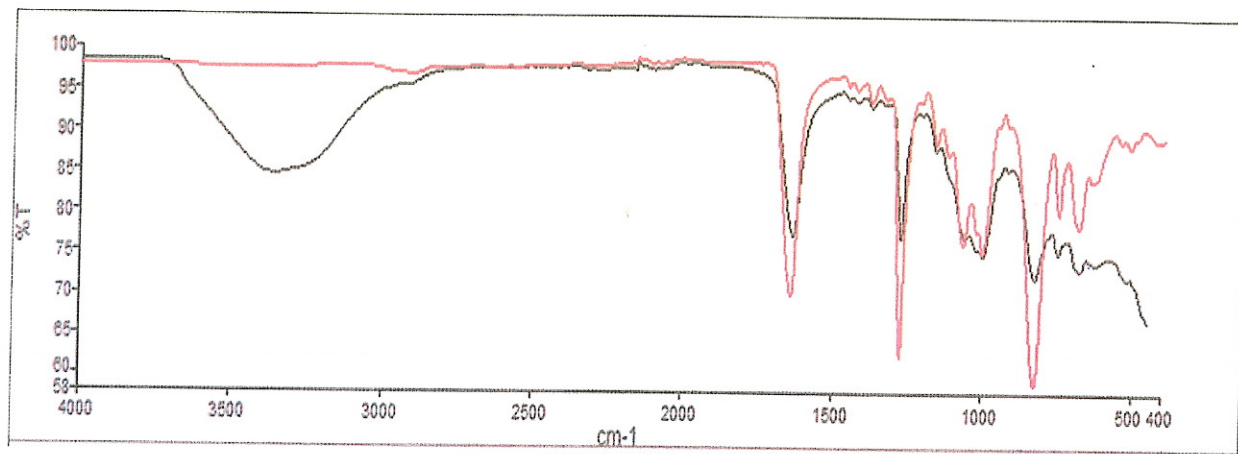


Wykres 4. Wynik analizy próbki nr 6.

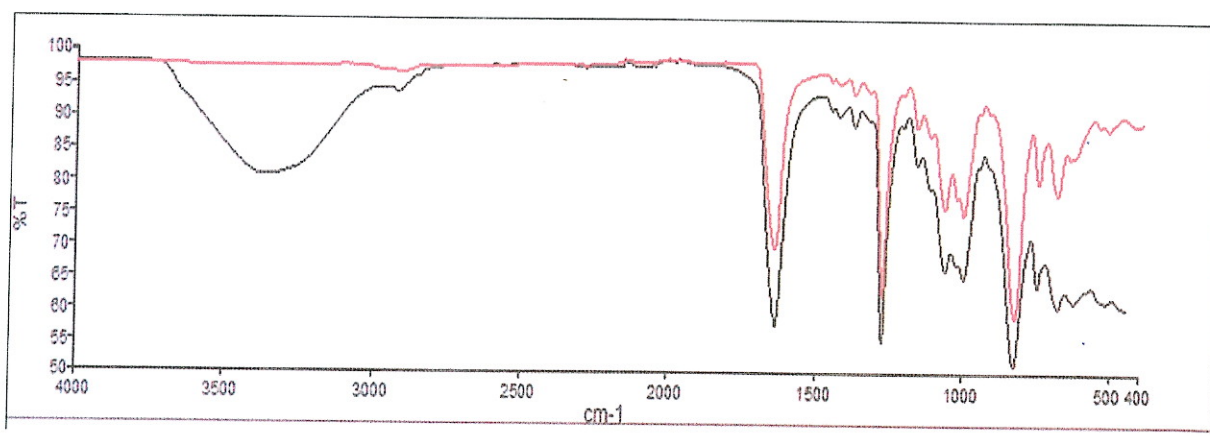


Wykres 5. Wynik analizy próbki nr 21.

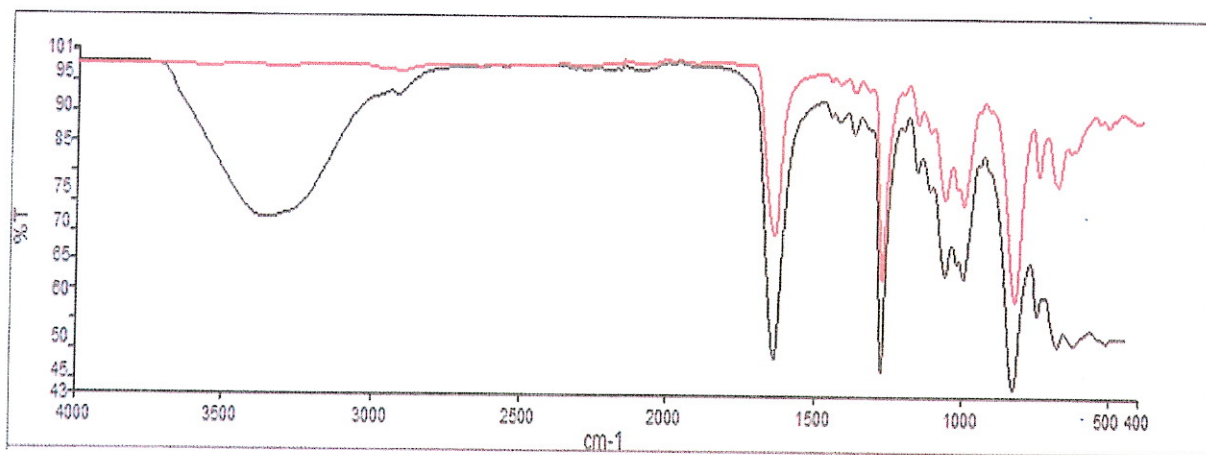
Oznaczenie sprawozdania z badań LBŚB/03/15	Podpis prowadzącego badania 	Strona/stron 15 z 23	Egz. 
--	--	--------------------------------	---





Wykres 6. Wynik analizy próbki nr 25.



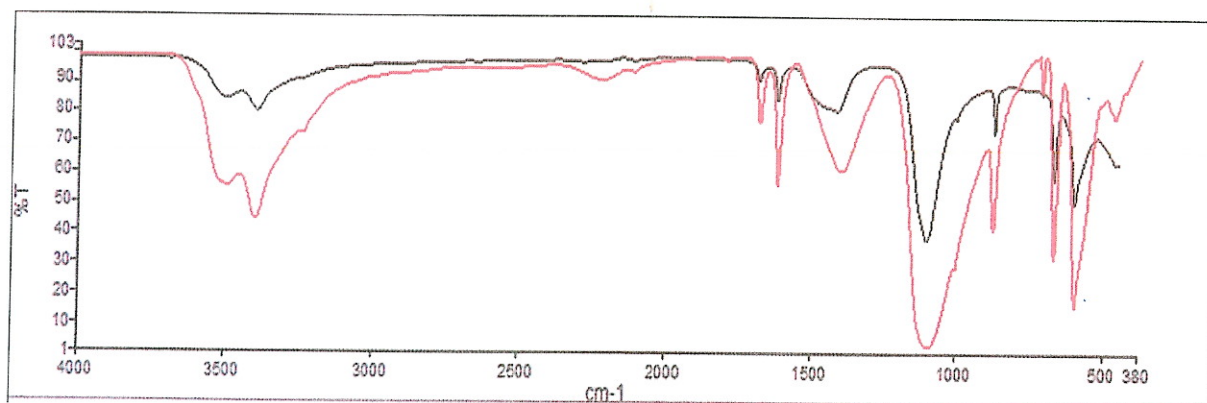
Wykres 7. Wynik analizy próbki nr 28.



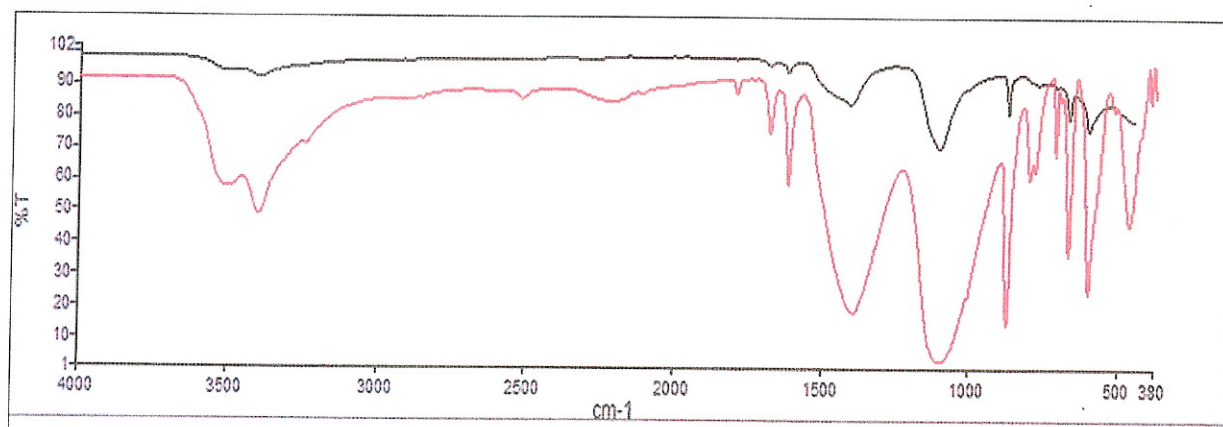
Wykres 8. Wynik analizy próbki nr 39.

Oznaczenie sprawozdania z badań	Podpis prowadzącego badania	Strona/stron	Egz.
LBŚB/03/15		16 z 23	

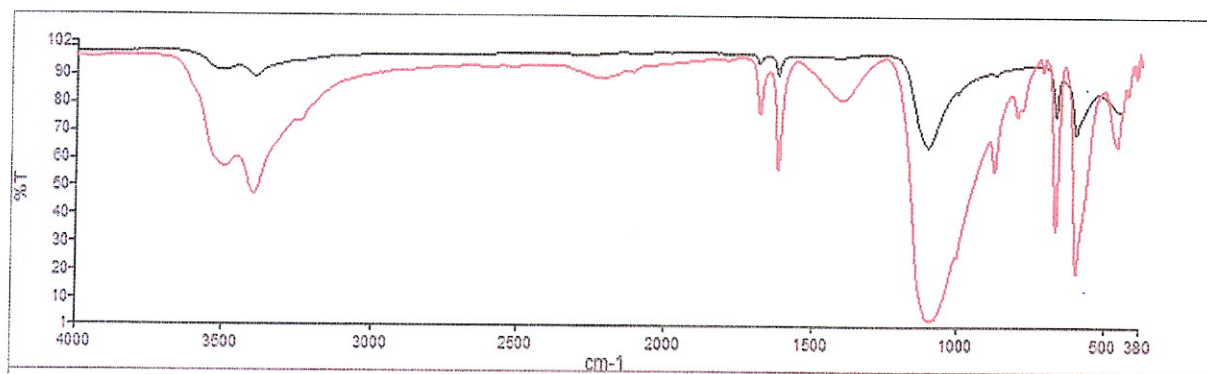
- Poniższe wykresy przedstawiają wybrane wyniki próbek w których stwierdzono obecność siarczanu wapnia (gipsu).
Na wykresach 10-12 kolorem czerwonym oznaczono wzorzec siarczanu wapnia (gipsu), natomiast kolorem czarnym oznaczono badaną próbkę.




Wykres 9. Wynik analizy próbki nr 43.



Wykres 10. Wynik analizy próbki nr 44.



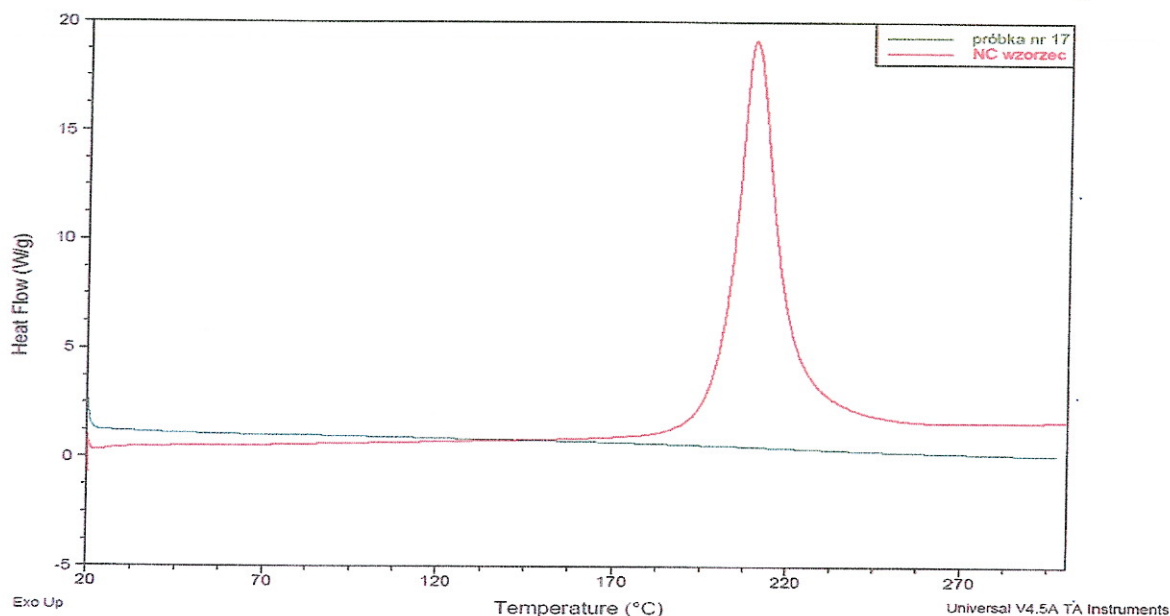
Wykres 11.. Wynik analizy próbki nr 45.

Oznaczenie sprawozdania z badań LBŚB/03/15	Podpis prowadzącego badania 	Strona/stron 17 z 23	Egz. 1
--	--	--------------------------------	------------------

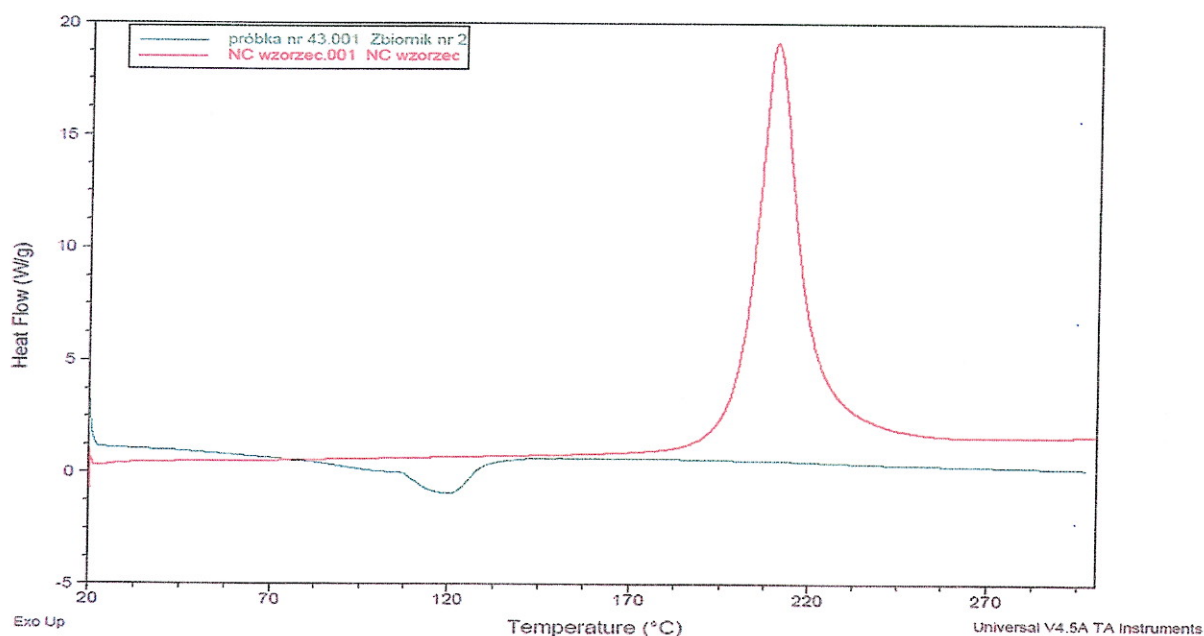
- Poniższe wykresy DSC przedstawiają wybrane próbki w których nie stwierdzono nitrocelulozy lub innych substancji chemicznych techniką

FT-IR lub próbki, których interpretacja tą metodą była niemożliwa.


Na wykresach 13, 14 kolorem czerwonym oznaczono wzorzec nitrocelulozy, natomiast kolorem zielonym oznaczono badana próbkę.



Wykres 12 Wyniki uzyskane dla próbki 17.

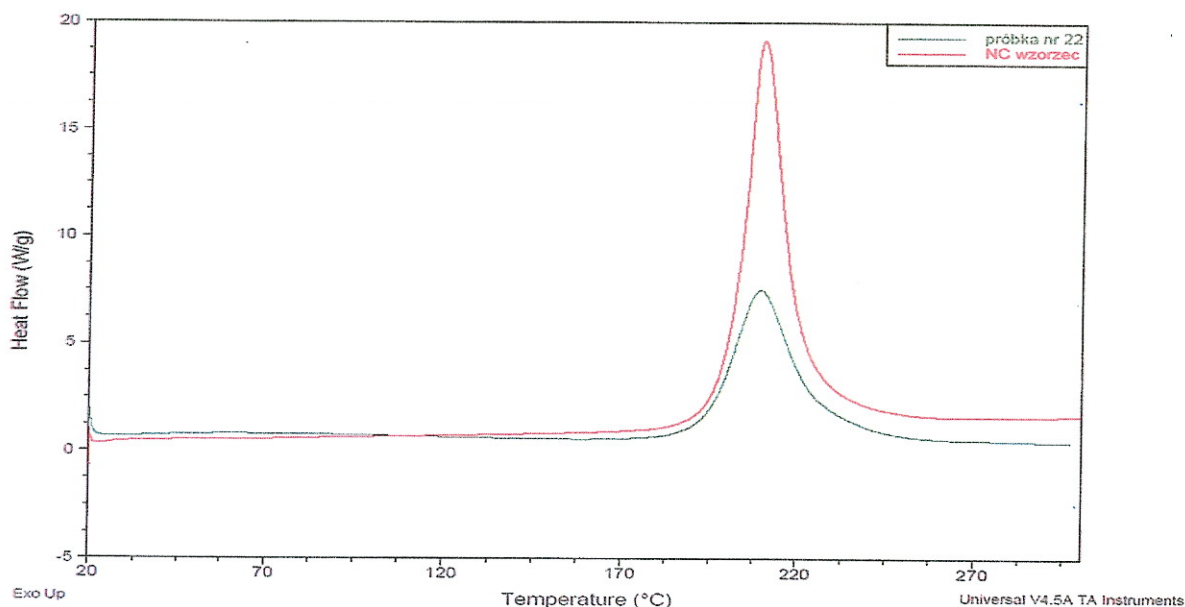


Wykres 13 Wyniki uzyskane dla próbki 43..

Oznaczenie sprawozdania z badań LBŚB/03/15	Podpis prowadzącego badania 	Strona/stron 18 z 23	Egz. 1
--	--	--------------------------------	------------------

- Poniższy wykres DSC przedstawia próbkę w której nie stwierdzono nitrocelulozy lub innej substancji chemicznej techniką FT-IR natomiast stwierdzono obecność nitrocelulozy techniką DSC.

Na wykresie 15 kolorem czerwonym oznaczono wzorzec nitrocelulozy, natomiast kolorem zielonym oznaczono badana próbkę





Wykres 15 Wyniki DSC uzyskane dla próbki 22.

Tabela 2. Wyniki analiz DSC dla próbki 22.

Nazwa próbki	DSC		
	Parametry rozkładu termicznego		
	$T_{\text{onset}} [^{\circ}\text{C}]$	$T_{\text{max}} [^{\circ}\text{C}]$	$Q [\text{J/g}]$
Próbka nr 22	194,2	209,5	1015,0
wzorzec NC	200,7	209,7	1762,0

8.5.3 Interpretacja wyników

Przebadano w sumie 45 próbek pobranych z terenów po byłych zakładach produkcyjnych w Pionkach. W 39 próbkach stwierdzono iż pobranym materiałem jest nitroceluloza, w 4 próbkach stwierdzono obecność siarczanu wapnia (gipsu) natomiast w 2 próbkach nie stwierdzono żadnego materiału. Wyniki badań próbek zamieszczono w tabeli 3.

Oznaczenie sprawozdania z badań LBŚB/03/15	Podpis prowadzącego badania 	Strona/stron 19 z 23	Egz. 
--	--	--------------------------------	---