



Karta przedmiotu

Nazwa i kod przedmiotu	Analityka techniczna i kontrola jakości, PG_00048865						
Kierunek studiów	Inżynieria i technologie nośników energii						
Data rozpoczęcia studiów	luty 2025 r.	Rok akademicki realizacji przedmiotu			2024/2025		
Poziom kształcenia	II stopnia	Grupa zajęć			Grupa zajęć obowiązkowych z zakresu kierunku studiów Grupa zajęć powiązanych z praktycznym przygotowaniem zawodowym - profil praktyczny		
Forma studiów	stacjonarne	Sposób realizacji			na uczelni		
Rok studiów	1	Język wykładowy			polski		
Semestr studiów	1	Liczba punktów ECTS			6.0		
Profil kształcenia	praktyczny	Forma zaliczenia			egzamin		
Jednostka prowadząca	Wydział Chemiczny -> Katedra Inżynierii Procesowej i Technologii Chemicznej						
Imię i nazwisko wykładowcy (wykładowców)	Odpowiedzialny za przedmiot		dr inż. Patrycja Makoś-Chełstowska				
	Prowadzący zajęcia z przedmiotu						
Formy zajęć i metody nauczania	Forma zajęć	Wykład	Ćwiczenia	Laboratorium	Projekt	Seminarium	RAZEM
	Liczba godzin zajęć	30.0	0.0	60.0	0.0	0.0	90
	W tym liczba godzin zajęć na odległość: 0.0						
Aktywność studenta i liczba godzin pracy	Aktywność studenta	Udział w zajęciach dydaktycznych, objętych planem studiów		Udział w konsultacjach		Praca własna studenta	RAZEM
	Liczba godzin pracy studenta	90		10.0		50.0	150
Cel przedmiotu	<p><i>Poznanie i zrozumienie zasad ogólnych oraz wybranych procedur analityki technicznej i przemysłowej – laboratoryjnej, a także, elementów analityki procesowej i kontroli jakości różnego rodzaju paliw:</i></p> <ul style="list-style-type: none"><li>• <u>gazowych</u>,</li><li>• <u>ciekłych</u>,</li><li>• <u>stałych</u>, a także</li><li>• surowców,</li><li>• strumieni procesowych podlegających dalszej przeróbce,</li><li>• składników podlegających „blendingowi”,</li><li>• materiałów pomocniczych typu: czynniki reakcyjne, katalizatory, sorbenty, płyny pomocnicze, np. rozcieńczalniki oraz gazy procesowe i spalinowe etc.</li></ul>						

Efekty uczenia się przedmiotu	Efekt kierunkowy	Efekt z przedmiotu	Sposób weryfikacji i oceny efektu
	[K7_U04] potrafi przy formułowaniu i rozwiązywaniu złożonych zadań inżynierskich, w tym zadań nietypowych, a także prostych problemów badawczych ocenić przydatność i możliwość wykorzystania nowych osiągnięć (technik i technologii) chemii, fizyki oraz inżynierii i technologii chemicznej.	Teoretyczna i praktyczna wiedza na temat doboru metodyki wykonywania badań jakościowych i ilościowych poszczególnych nośników energii. Umiejętność adaptacji istniejących technik i metod do nowych zastosowań.	[SU1] Ocena realizacji zadania [SU3] Ocena umiejętności wykorzystania wiedzy uzyskanej w ramach przedmiotu
	[K7_U02] potrafi przy formułowaniu i rozwiązywaniu złożonych zadań inżynierskich, w tym zadań nietypowych, a także prostych problemów badawczych wykorzystywać metody analityczne, symulacyjne i eksperymentalne chemii, fizyki oraz inżynierii i technologii chemicznej.	Teoretyczna i praktyczna wiedza pozwalająca na weryfikację poprawnej realizacji złożonych procesów i technologii na podstawie zaplanowanego cyklu badań z zakresu analityki technicznej i kontroli jakości.	[SU1] Ocena realizacji zadania [SU4] Ocena umiejętności korzystania z metod i narzędzi
	[K7_W07] zna i rozumie podstawowe procesy zachodzące w urządzeniach i systemach pomiarowych do analityki technicznej i kontroli jakości, zna i rozumie w pogłębionym stopniu - wybrane metodyki analityki technicznej, zachodzące zjawiska i stosowane techniki oraz dotyczące ich metody i teorie wyjaśniające złożone zależności między nimi, stanowiące zaawansowaną wiedzę ogólną z zakresu chemii, matematyki i fizyki tworzących podstawy teoretyczne, uporządkowaną i podbudowaną teoretycznie wiedzę obejmującą kluczowe zagadnienia oraz wybrane zagadnienia z zakresu zaawansowanej wiedzy szczegółowej w obszarze kontroli jakości surowców i produktów procesów technologicznych	Teoretyczna i praktyczna wiedza na temat fizykochemii poszczególnych technik i metodyk badawczych.	[SW1] Ocena wiedzy faktograficznej [SW2] Ocena wiedzy zawartej w prezentacji [SW3] Ocena wiedzy zawartej w opracowaniu tekstowym i projektowym
	[K7_U01] potrafi planować i przeprowadzać eksperymenty, interpretować uzyskane wyniki i wyciągać wnioski. Potrafi również formułować i testować hipotezy związane z problemami inżynierskimi i prostymi problemami badawczymi w zakresie chemii, fizyki oraz inżynierii i technologii chemicznej.	Teoretyczna i praktyczna wiedza z zakresu analizy i interpretacji wyników badań. Umiejętność przewidywania rezultatów badań na podstawie znajomości charakterystyki badanego materiału/próbki.	[SU1] Ocena realizacji zadania [SU2] Ocena umiejętności analizy informacji [SU3] Ocena umiejętności wykorzystania wiedzy uzyskanej w ramach przedmiotu [SU4] Ocena umiejętności korzystania z metod i narzędzi

Treści przedmiotu	<p><b>Analityka techniczna i kontrola jakości w zakresie inżynierii i technologii nośników energii – różnego typu paliw „kopalnych”, bio-paliw, ogniw paliwowych</b> (surowce, strumienie procesowe, produkty gotowe, materiały pomocnicze i procesowe, spaliny itp):</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>gazowych</b> (gaz ziemny, LPG, gaz koksowniczy, gazy z konwersji biomasy do paliw gazowych (bio-CH<sub>4</sub>, bio-H<sub>2</sub>),</li> <li>• <b>ciekłych</b> (ropa naftowa i frakcje z jej przeróbki, paliwa z pirolizy drewna, węgla i odpadów, bio-etanol, bio-butanol, kondensat ropy naftowej, paliwowe ciekłe frakcje z fluidalnego krakingu katalitycznego (FCC), krakingu katalitycznego, izomeryzacji katalitycznej, reformingu katalitycznego, etc.),</li> <li>• <b>stałych</b> (węgiel kamienny, brunatny, torf, węgiel drzewny, biomasa - drewno opałowe, słoma różnego typu, makuchy, odpady stałe osadu po oczyszczaniu ścieków, odpady zwierzęce, etc.)</li> <li>• <b>ogniw paliwowych</b> (wodorowe, metanolowe, etanolowe, etc.)</li> </ul> <p><b>Techniki i metody w analityce technicznej i kontroli jakości w zakresie :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• fizycznych i fizykochemicznych technik i metodyk badań właściwości podstawowych, a także, właściwości i parametrów użytkowych ,</li> <li>• zawartości pożądaných i niedopuszczalnych grup składników oraz poszczególnych składników surowców i paliw, szczególnie technikami: spektrofotometrycznymi w zakresie XR (XRF / XRD), UV-VIS, MIR, H1 i C13 NMR, mineralizacji zapłonowej i spektrometrii mas (AAS, ICP-AE, ICP-MS)</li> <li>• w płomieniu powietrze – wodór z różnymi technikami i metodami detekcji i analityki, szczególnie, IR, kulometrycznie, potencjometrycznie, jonowymiennie,</li> <li>• sorpcji - desorpcji oraz wymiany jonowej, w tym, chromatografii K-GC, C-GC, HPLC/UPLC, TLC/HPTLC,</li> <li>• absorpcyjnej oraz emisyjnej spektroskopii atomowej i spektrometrii mas (AAS, ICP-AE, ICP-MS)</li> <li>• klasycznego lub instrumentalnego miareczkowania, w tym z wykorzystaniem elektrochemii (konduktometrii, potencjometrii, volt-amperometrii, kulometrii), w tym oznaczanie zawartości wody metodą K-F etc.</li> <li>• wyznaczania powtarzalności / odtwarzalności w procedurach badawczych i zastosowań tych parametrów procedur badań, analizy przyczyn błędów, określania niepewności pomiarowej, zasad nawiązania do krajowych lub międzynarodowych jednostek miar, walidacji procedur badań, nadzoru nad wyposażeniem itp. w analityce technicznej i kontroli jakości.</li> </ul>											
Wymagania wstępne i dodatkowe	Znajomość chemii nieorganicznej, organicznej, fizycznej, analitycznej oraz podstaw technologii chemicznej.											
Sposoby i kryteria oceniania osiągniętych efektów uczenia się	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Sposób oceniania (składowe)</th> <th>Próg zaliczeniowy</th> <th>Składowa oceny końcowej</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Laboratorium</td> <td>60.0%</td> <td>20.0%</td> </tr> <tr> <td>Egzamin</td> <td>60.0%</td> <td>80.0%</td> </tr> </tbody> </table>	Sposób oceniania (składowe)	Próg zaliczeniowy	Składowa oceny końcowej	Laboratorium	60.0%	20.0%	Egzamin	60.0%	80.0%		
Sposób oceniania (składowe)	Próg zaliczeniowy	Składowa oceny końcowej										
Laboratorium	60.0%	20.0%										
Egzamin	60.0%	80.0%										
Zalecana lista lektur	<p>Podstawowa lista lektur</p> <p>Uzupełniająca lista lektur</p> <p>Adresy eZasobów</p>	<p>J.G. Speight, Handbook of Petroleum Analysis, WILEY-Interscience, 2015</p> <p>J.G. Speight, Handbook of Coal Analysis, WILEY-Interscience, 2005</p> <p>Normy metodyczne PN/EN, ASTM; kodeksy GLP/GMP.; Normy: PN-EN-ISO 9001; PN-EN-ISO/IEC 17025</p> <p>1. Z. Witkiewicz, „Podstawy chromatografii” WNT, W-wa, 2005.  2. M. Kamiński (ed.) „Chromatografia Cieczowa”, CEEAM, Gdańsk, 2004.  3. J. Weiss, “Handbook of ion chromatography”, vol. 1,2, Willey-VCH 2004.  4. W. Zieliński, A. Rajca (red.): „Metody spektroskopowe i ich zastosowanie do identyfikacji związków organicznych”, WNT, W-wa, 1995.  5. J. Cazes (ed) “Encyclopedia on Chromatography”, Marcel Dekker, New York, 2001 (albo późniejsze wydania).  6. J. Namieśnik, P. Konieczka, Kontrola i zapewnienie jakości wyników pomiarów analitycznych, PTIE, 2006.</p>	Adresy na platformie eNauczanie:									

## CZĘŚĆ WYKŁADOWA

### Moduł I – Zasady ogólne analityki technicznej i kontroli jakości

I.1. Analityka techniczna - pomiary i badania on-line, at-line i off-line; Analityka procesowa - „automatyczna”, procesowa - laboratoryjna, kontrola jakości surowców i produktów, inna analityka techniczna (*ruchy testowe, badania materiałów pomocniczych – wody, reagenty, katalizatory, sorbenty, inne materiały pomocnicze, środowisko pracy etc.*);

I.2. Wybrane zagadnienia systemów zarządzania jakością badań – zasady podstawowe PN-EN 9001, przypomnienie oraz najważniejsze zasady w praktyce wg: PN-EN ISO/IEC 17025, GLP i GMP; Nadzór nad wyposażeniem do badań; Badania między-laboratoryjne; Badania biegłości; Spójność pomiarowa i jej realizacja w praktyce; Kalibracja; Wzorce; Certyfikowane materiały odniesienia; Walidacja pełna / uproszczona – pojęcie, znaczenie, procedura badań, najważniejsze badane parametry, raportowanie, warunki „miarodajności” walidacji; Metody statystyczne w nadzorze nad jakością badań oraz w nadzorze nad wyposażeniem do badań;

I.3. Źródła wymagań dla produktów i półproduktów technicznych, strumieni procesowych – regulacje prawne, normy, specyfikacje, dokumentacja wewnętrzna, umowy, oferty; Zasady zaokrąglania liczb, zapisywania wyników i porównywania wyników badań z wymaganiami; Opracowanie statystyczne wyników badań – przypomnienie podstawowych zasad; Pojęcia i zastosowania: powtarzalności, odtwarzalności; Podstawowe zasady Prawa o Miarach i ich zastosowania w nadzorze nad wyposażeniem / badaniach paliw;

I.4. Strona organizacyjna, techniczna, materiałowa nowoczesnego laboratorium analityki technicznej;

I.5. Zagadnienie reprezentatywności próbki, losowości pobierania. Metody i wyposażenie pobierania, próbek; Bezpieczeństwo pobierania, transportu, operowania i przygotowania próbek paliwowych; Zasady archiwizacji i przechowywania próbek archiwalnych.

### Moduł II Najważniejsze techniki i metodyki badań surowców, strumieni procesowych, produktów gotowych, materiałów pomocniczych, strumieni i materiałów procesowych, wód, ścieków, spalin, środowiska pracy itp., paliw :

- **gazowych** (gaz ziemny, LPG, gaz koksowniczy, gazy z konwersji biomasy do paliw gazowych (bio-CH<sub>4</sub>, bio-H<sub>2</sub>)),
- **ciekłych** (ropa naftowa i frakcje z jej przeróbki, benzyny, paliwa JET, oleje opałowe, paliwa z pirolizy, drewna, węgla i odpadów, bio-etanol, bio-butanol, kondensat ropy naftowej ciekłe frakcje z krakingu katalitycznego termicznego (FCC), hydro-krakingu katalitycznego, izomeryzacji katalitycznej, reformingu katalitycznego, „grafityzacji”, ... ),
- **stałych** (węgiel kamienny, brunatny, torf, węgiel drzewny, biomasa - drewno opałowe, słoma różnego typu, makuchy, odpady stałe osady po oczyszczaniu ścieków, odpady zwierzęce, ... )
- **ogniw paliwowych** (materiały elektrodowe, ciekłe, gazowe, gotowe ogniwa).

II.3. Przygotowanie do badań, próbek: gazowych, ciekłych, stałych - spalanie, absorpcja, adsorpcja - desorpcja, ekstrakcja/tugowanie, spoielanie, rozdrabnianie, prasowanie, roztwarzanie, mineralizacja mikrofalowa, precypitacja z filtracją i suszeniem do stałej masy, itp.

II.4. Metodyki badania parametrów fizykochemicznych, użytkowych, technicznych w analityce technicznej i kontroli jakości – parametry „podstawowe”/„zaawansowane”:

- parametry grawimetryczne,
- parametry temperaturowe,
- parametry destylacyjne (destylacja atmosferyczna, destylacja próżniowa, SIMDIS, destylacja 15-to półkowa),
- ciepłne (ciepło spalania, wartość opałowa, ciepła przemian fazowych / chemicznych, sorpcji - desorpcji),
- techniczne („liczby”: oktanowa, cetanowa, bromowa, jodowa, maleinowa, nadtlenkowa / odporność oksydacyjna / „żywice” / przewodnictwo, temperatura zapłonu, ...),
- refraktometryczne, kolorymetryczne, fotometryczne, spektrofotometryczne, fluorescencji,
- średnia wartość oraz rozkład masy cząsteczkowej,
- Oznaczanie zawartości grup związków parafinowych, naftenowych i aromatycznych (Cp/Cn/Ca) z wykorzystaniem metodyki n-d-m / FTIR / H1NMR,
- struktury krystalicznej,
- zawartości wody.

II.5. Ogólne zasady identyfikacji związków chemicznych / oznaczania zawartości związków chemicznych / grup związków chemicznych

**II.6.** Techniki i metody przygotowania próbek oraz identyfikacji i oznaczania zawartości pierwiastków (szczególnie: C, H, N, S, X, O, P, Si, Al, Na, K, Ca, Mg, Fe, Ni, Mo, Mn, ...) „klasycznymi” / instrumentalnymi technikami i metodami:

- fluorescencji rentgenowskiej (XRF),
- absorpcji atomowej (AAS),
- ICP-OES / ICP-MS,
- mineralizacji zapłonowej w atmosferze „syntetycznego” powietrza / w redukcyjnym płomieniu wodorowym (Wickboldta),

**II.7.** Techniki i metody identyfikacji / badania składu grupowego / „szczegółowego” (czystości, zawartości wybranych związków chemicznych / ich grup / jonów) oraz analizatory służące do takich badań:

- techniki „klasyczne” ( $S^2$ , Cl,  $SO_4^{2-}$ , TLC, TLC-FID, N-Kjehdala, woda – K-F, woda – metoda acetylenowa)
- instrumentalne: jedno i wielkowymiarowa chromatografia gazowa w analityce gazów / lotnych mieszanin związków organicznych z detekcją FID, TCD, MS, PID, ECD,
- wysokosprawna chromatografia cieczowa adsorpcyjna i jonowymienna / jonowa z detekcją RID / UV-VIS-DAD, ELD, konduktometryczną, FLD, MS,
- techniki i metody spektroskopowe MIR – FTIR, UV-VIS,
- kulometria, potencjometria, volt-amperometria inwersyjna.

**II.8.** Techniki i metody chemometryczne, szczególnie w zakresie bliskiej podczerwieni (NIR).

**II.9.** Techniki i metody sprzężone (mineralizacja zapłonowa – IExchC / LC-GC / GC-LC)

### Moduł III. Opracowanie i walidacja nowych metodyk badawczych.

**II.1.** Źródła metodyk przygotowania próbek oraz badań i sposób ich analizy, jako inspiracja do opracowania własnych rozwiązań – metodyki znormalizowane, opisy patentowe, publikacje naukowe;

**II.2.** Nowo opracowane / zaadaptowane metodyki badawcze - studium przypadku

### CZĘŚĆ LABORATORYJNA – 12 ćwiczeń, ćwiczenia 5-cio godzinnych

- każde ćwiczenie dotyczy zbadania co najmniej trzech parametrów – każdy student wykonuje badanie wszystkich parametrów.

#### Tematyka poszczególnych ćwiczeń laboratoryjnych

1. **Badanie parametrów podstawowych** wybranych nośników energii (CH.D): gęstość, współczynnik załamania światła, barwa, widmo UV-VIS, lepkość kinematyczna, „obecność wody i zanieczyszczeń” + określenie laboratoryjnej powtarzalności metody badań / stopnia kontaminacji;
2. **Badanie składu mieszanin gazowych techniką chromatografii gazowej** - gazowe nośniki energii – kolumny pakowane / kapilarne typu pora-plot – 5A/3A, Q/N,  $SiO_2/Al_2O_3$ , „Carbopak”/Cakt - GC-TCD; GC-FID; GC-FPD (CH.D) (skład gazu wodorowego, skład LPG, skład gazu fermentacyjnego, skład gazów spalinowych);
3. **Badanie składu paliw ciekłych / ciekłych strumieni procesowych** – benzyny / frakcje benzynowe / bio-etanol - CGC-FID; CGC-FPD; CGC-PID; CGC-MS (CH.D);
4. **Badanie składu mieszanin techniką wysokosprawnej chromatografii cieczowej** - NP-HPLC-BF-UV-DAD/RID/LLSD // TLC-FID; (CH.C) (IP-391, EN-12-916:2010 - ON z FAME, TLC-FID, ciężki olej opałowy);
5. **Badanie (wyznaczenie) parametrów „sumarycznych” złożonych mieszanin – rozkładu temperatury destylacji** (klasyczna destylacja / SIMDIS) - rozkładu masy cząsteczkowej - GPC-SEC – UV-VIS-DAD/RID/LLSD – frakcja A / C / D // TAG // FAME (CH.C);
6. **Techniki mineralizacji spalinowej / mikrofalowej, jako techniki przygotowania próbek do badań i oznaczanie pierwiastków:** Na, Fe, Ni, Si, Al - ASA / jonów - chromatografia jonowymienna –  $SO_4^{2-}$ , Cl<sup>-</sup>, Na<sup>+</sup> /  $NH_4^+$ , Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, MEA, DEA, MDEA (CH.D);
7. **Badanie składu grupowego techniką NP-TLC / RP-TLC z wizualizacją 365 nm / 254 nm / J<sub>2</sub> / siarczan berberyny // UV-VIS, FTIR** (zbadanie obecności i orientacyjnej zawartości węglowodórów nasyconych / aromatycznych żywic / FAME / acylo-gliceroli (TAG/DAG/MAG), WKT / Glicerolu w ON / FAME / ON+FAME (CH.C);
8. **Badanie składu hydrolizatu kwaśnego / alkalicznego / enzymatycznego BMLC techniką RP-HPLC / HILIC-HPLC / IExchC-HPLC // RP-TLC / HILIC-TLC (CH.C)**
9. **Badania ścieków po procesach rafinacji ropy naftowej – BZT, CHZT, zawartości wybranych grup LZO (DLLME - HS-GC-MS, GC-FID, GC-NPD, GC-FPD). (CH.D);**
10. **Badanie odporności na utlenianie benzyny / ON, właściwości smarnych, „ciśnienia wtrysku”, temperatury zapłonu w tyłu zamkniętym - ON, obecności ON w benzynie – met. lustra (CH.C);**
11. **Oznaczanie wody w paliwach płynnych - metodą K-F, wilgoci w BMLC - metodą suszenia w 130C, popiołu w BMLC – w piecu muflowym (CH.C)**

	<p>12. <b>12. Laboratorium wyjazdowe do Lotos LAB – zasady SZJ wg PN-EN-9001 / 17025 + „laboratorium paliwowe”</b> – gęstość / lepkość – wibracyjnie, prężność, odporność na utlenianie („okres indukcyjny” benzyn, odporność oksydacyjna ON) LOB / LOM / liczba cetanowa, „żywice obecne”, CGC – laboratoryjna analityka procesowa frakcji benzynowych – PIONA, związki tlenowe w benzynie, SIMDIS fr. paliwowych, JETA1 (<i>JEFTOT, temperatura zapłonu metodą TAG, „korozja na srebrze”, przewodnictwo elektryczne, H2S i siarka merkaptanowa – potencjometrycznie</i>), zawartość S w benzynach / ON – XRF, zawartość Clorg / Sorg / Norg we frakcji benzynowej ropy naftowej metodą mineralizacji zapłonowej z oznaczeniem kulometrycznym / fluorescencyjnym.</p>
<p>Praktyki zawodowe w ramach przedmiotu</p>	<p>Nie dotyczy</p>

Dokument wygenerowany elektronicznie. Nie wymaga pieczęci ani podpisu.