

Stará Lužice – doškolovací kurz Vzorkování heterogenních materiálů



Pavel Bernáth, Zdeněk Veverka,
Milena Veverková, Petr Kohout



STÁTNÍ FOND
ŽIVOTNÍHO PROSTŘEDÍ
ČESKÉ REPUBLIKY

19. listopad 2009

Stará Lužice – doškolovací seminář

„Vzorkování heterogenních materiálů“

(vzorkování solidifikátu z hromady)

Cíl doškolovacího semináře

Doškolovací seminář pro manažery vzorkování odpadů byl zaměřen na vzorkování odpadů z volně ložených hromad, v tomto případě upraveného odpadu – vyzrálého solidifikátu.

Cílem tohoto semináře bylo zvýšení kvalifikace účastníků v problematice pevných („polotuhých“) odpadů a získání informací pro návrh doporučení jednotného postupu odběrů obdobných matric z volně ložených hromad.

Seminář se konal dne 19. listopadu 2009. Dopoledne proběhla teoretická část v hotelu v Hamru na Jezeře a po obědě seminář pokračoval praktickým vzorkováním v areálu úpravný odpadů Hamr n.J. – Stará Lužice. Byly odebírány vzorky z hromady definovanými postupy a laboratorní vzorky byly předány k analýzám DOC do laboratoře.

Organizátory semináře byly společnosti Forsapi s.r.o. a Univerza-SoP, s.r.o. za odborné pomoci pracovníků společnosti GESTA, a.s. Rynoltice a Státního fondu životního prostředí ČR. Seminář se mohl hlavní měrou uskutečnit díky vstřícnosti společnosti GESTA, a.s. Rynoltice, která se kromě vlastní realizace vzorkování podílela významně i na úhradě analýz odebraných vzorků.

Popis vzorkovacích postupů

Při vzorkování solidifikátů, bidegradovaných a obdobných způsobem získaných heterogenních odpadů je třeba odebírat vzorky tak, abychom se postupem vzorkování přiblížili reprezentativnímu vzorku - průměrné hodnotě vzorkovaného souboru. Teoreticky bychom ji získali odběrem veškerého vzorkovaného odpadu v podílech odpovídajících jednotlivým šaržím o velikosti laboratorního vzorku, který by byl v laboratoři patřičně upraven (homogenizován apod.) a podroben zkoušce, která by poskytla věrohodné výsledky.

Je zřejmé, že tento postup (požadavek) je nereálný, a tak bylo při navrhování (definování) postupů vzorkování vycházeno z reálných možností každého vzorkaře (skupiny).

Vzorkovaným souborem byla hromada (v:1,5 x š:2 x d:5m) odtěženého solidifikátu (Gestabilizát) z kazety III, v níž bylo na řezu zřejmé heterogenity jednotlivých vrstev solidifikátu (šarží). Testovány byly různé postupy lišící se počtem dílčích vzorků (náběrů) použitých k vytvoření laboratorního vzorku, hloubkou odběru dílčích vzorků od povrchu hromady a druhy vzorkovacího zařízení použitého k odběru dílčích vzorků.

Postup 1:

- Odběr lopatkou (do hloubky 0-30cm)
- Vzorek složený z 10 dílčích vzorků (náběrů)

Postup 2:

- Odběr lopatkou (do hloubky 0-30cm)
- Vzorek složený z 30 dílčích vzorků (náběrů)

Postup 3:

- Odběr žlábkovým vrtákem (hloubka 0-100 cm)
- Vzorek složený z 10 dílčích vzorků (vpichů, náběrů)

Postup 4:

- Odběr žlábkovým vrtákem (0-100cm)
- Vzorek složený ze 30 dílčích vzorků (vpichů, náběrů)

Věci (odpad) získaný náběry byl homogenizován a kvartaci zmenšena jeho hmotnost na cca 2 – 4 kg (laboratorní vzorek).

Praktická část - vzorkování

Práce v terénu se uskutečnily dne 19.11.2009 v areálu úpravný odpadů Hamr n.J. – Stará Lužice. Každý z popsaných postupů měl být realizován dvěma vzorkovacími skupinami.

V rámci praktické činnosti byly odebrány následující vzorky

Vzorkovací skupina	Název vzorku	Hloubka odběru	Počet dílčích vzorků dle instrukcí	Poznámky k postupu odběru vzorkovací skupiny
Skupina S	S-1	0 – 0,3 m	10 (postup 1)	Provedeno dle instrukcí
	S-2	0 – 1 m	30 (postup 4)	Provedeno dle instrukcí
Skupina D	D-1	0 – 0,3 m	30 (postup 2)	Provedeno dle instrukcí
	D-2	0 – 1 m	10 (postup 3)	Provedeno dle instrukcí
Skupina C	C-1	0 – 0,3 m	30 (postup 2)	Provedeno dle instrukcí
	C-2	0 – 1 m	10 (postup 3)	Provedeno dle instrukcí
Skupina PB	PB-1	0 – 0,3 m	10 (postup 1)	Vzorkovací skupina postup nedodržela – místo 10 dílčích vzorků odebráno 5 dílčích vzorků
	PB-2	0 – 1 m	30 (postup 4)	Vzorkovací skupina postup nedodržela – místo 30 dílčích vzorků odebrány 4 dílčí vzorky – 1 žlábkovým vzorkovačem, 3 lopatkou
Veverka	V-2		15	Vzorkovací postup odpovídal postupu uvedeném v provozním řádu úpravný odpadů Hamr n.J. – Stará Lužice

Výsledky a jejich diskuze

Vzorky byly analyzovány v laboratoři ALS Czech Republic, s.r.o.

Výsledky zkoušek provedených na odebraných vzorcích jsou uvedeny v Tab. 1.

Tabulka 1: Stanovení DOC ve vzorcích materiálu

Název vzorku	PB-1	PB-2	D-2	C-2	S-2	C-1	V-2	S-1	D-1
Postup odběru	X	X	Postup 3	Postup 3	Postup 4	Postup 2	Gesta Ryn	Postup 1	Postup 2
Počet dílčích vzorků	5	3+1	10	10	30	30	15	10	30
Hloubka odběru	0-0,3 m	-	0-1 m	0-1 m	0-1 m	0-0,3 m		0-0,3m	0-0,3m
DOC [mg/ kg suš.]	182	329	494	501	516	546	615	626	706

Původní záměr - srovnávat výsledky jednotlivých postupů, nemohl být z důvodu nedodržení stanoveného postupu vzorkování naplněn a výsledky analýz byly vyhodnoceny jako jeden soubor dat graficky metodou robustní statistiky pomocí Hornova postupu [1] na obrázku 1.

Cílem uvedeného postupu je zjistit, zda výsledky některého z testovaných postupů neleží vně tolerančního intervalu (příslušného intervalu spolehlivosti) vyplývající z převládajícího charakteru souboru naměřených výsledků, tzn. zda nejsou vůči těmto výsledkům odlehle.

Dle tohoto postupu se nejprve určí hloubka pivotu dle následujících vztahů:

$$H = (\text{int}[(n+1)/2])/2 \quad (1a)$$

$$H = (\text{int}[(n+1)/2] + 1)/2 \quad (1b)$$

podle toho, které číslo bude celé, n je počet měření.

Označí se dolní pivot XD a horní pivot XH a určí se pivotová polosuma PL ze vztahu:

$$XHORN = PL = (XD + XH)/2 \quad (2)$$

K odhadu intervalu spolehlivosti je použit vztah:

$$SHORN = RL * t_{L,0,975}(n) \quad (3),$$

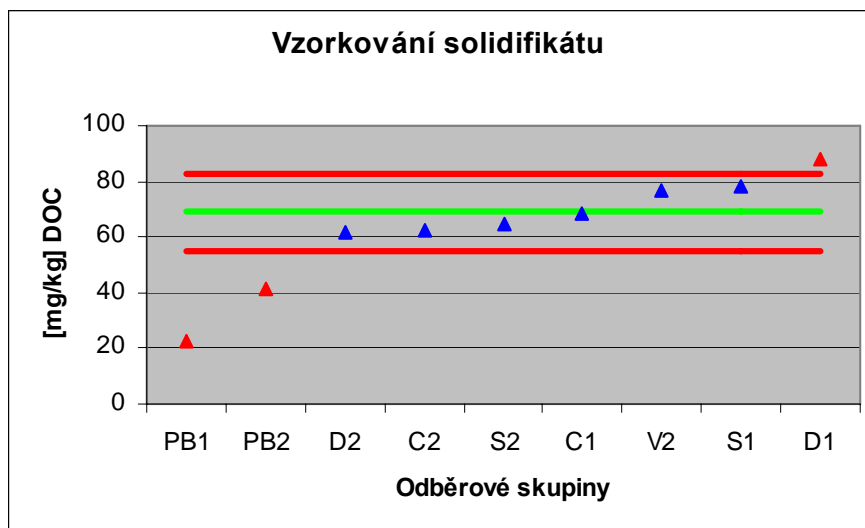
kde odhadem parametru rozptýlení je pivotové rozpětí $RL = XD - XH$. Hodnota kritických hodnot t_L je tabelována.

Interval spolehlivosti je určen:

$$(XD + XH) / 2 \pm t_{1 - \alpha/2} (XD - XH) \quad (4)$$

Jako vztažná hodnota byla ve všech případech zvolena pivotová polosuma.

Výsledky analýz získaných jednotlivými postupy jsou znázorněny graficky. Pokud některý výsledek nespadá do tolerančního intervalu (příslušného intervalu spolehlivosti) je označen červeným trojúhelníčkem.



Obrázek 1

Jak vyplývá z grafu, vzorky PB1 a PB2 leží vně tolerančního intervalu (příslušného intervalu spolehlivosti) vyplývající z převládajícího charakteru souboru naměřených výsledků. Rovněž vzorek D1 se nachází mimo toleranční interval, nicméně domníváme se, že hlavním důvodem je ovlivnění charakteru testovaného souboru výsledky PB1 a PB2.

Pouze u postupů 2 a 3 existovala dvojice výsledků.

Tabulka 2: Srovnání výsledků stanovení DOC ve vzorcích podle postupů odběru

Název vzorku	D-2	C-2	C-1	D-1
Postup odběru	Postup 3		Postup 2	
Počet dílčích vzorků	10		30	
Hloubka odběru	0-1 m		0-0,3 m	
DOC [mg/ kg suš.]	494	501	546	706

Vzájemná shoda mezi výsledky analýz vzorků odebraných **postupem 3** (do hloubky 0-1m) je výrazně lepší, než shoda výsledků povrchových odběrů (**postup 2**), přestože byly složeny z vyššího počtu dílčích vzorků. Vzorek odebraný **postupem 4** (do hloubky 0-1m složený z 30 dílčích vzorků) je v dobré shodě s výsledky **postupu 3**, zatímco analýza vzorku odebraného **postupem 1** (povrchový odběr tvořený 10 dílčími vzorky) potvrzuje nižší správnost postupu – odběru z povrchu deponie (z hloubky 0-0,3 m). Je jen škoda, že nebylo možné porovnat i ostatní postupy, a pokusit se o generalizaci výsledků (přestože celkový počet vzorků je pro potřeby statistického zpracování nedostatečný).



Závěr

Původní záměr porovnání čtyř různých postupů odběrů prováděných vždy paralelně byl zmařen vzorkaři skupiny PB. Důvod nedodržení požadovaného postupu nebyl objasněn. Úmysl pořadatelů a úsilí účastníků doškolovacího semináře, finanční náklady byly znehodnoceny. Na druhou stranu neodpovědný, laxní až sobecký přístup k plnění zadání vzorkaři skupiny PB je dokumentován statisticky odlišným výsledkem provedených zkoušek – chybou vzorkaře při odběru vzorku. I tento výsledek je možné hodnotit jako významný ve smyslu hodnocení práce vzorkařů.