

Lužice – doškolovací kurz Vzorkování heterogenních materiálů



Pavel Bernáth, Zdeněk Veverka,
Milena Veverková, Petr Kohout



STÁTNÍ FOND
ŽIVOTNÍHO PROSTŘEDÍ
ČESKÉ REPUBLIKY

19. listopad 2009

Lužice – doškolovací seminář

„Vzorkování heterogenních materiálů“ (vzorkování solidifikátu z hromady)

Naformátováno: Mezera Před: 6 b.

Cíl doškolovacího semináře

Doškolovací seminář pro manažery vzorkování odpadů byl zaměřen na vzorkování odpadů z volně ložených hromad, v tomto případě upraveného odpadu – vyvrátého 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 úpravní 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-SoOP, 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 vtěcnosti 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, biodegradovaných a obdobných způsobem získaných heterogenních odpadů je třeba odebírat vzorky tak, abychom se postupem vzorkování co nejlépe 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 byla na něm vykonána řádným postupem zkouška, která by poskytla věrohodné výsledky.

Je zcela zřejmé, že tento postup (požadavek) je nereálný, a tak bylojsme-se při navrhování (definování) vzorkovacích postupů vzorkování snažili vycházet not z reálných možností každého vzorkaře (skupiny).

Vzorkov~~aným souborem~~~~na~~ 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 vzorků, ze kterých je složen laboratorní ho vzor~~ku~~ek, hloubkou odběru dílčích vzorků od povrchu hromady, a druhý vzorkovací ho ~~za~~ zařízením použitého k odběru dílčích vzorků.

Postup 1:

Odběr lopatkou (do hloubky 0-30cm)

Laboratorní Směsný vzorek složený z 10 dílčích vzorků (náběrů)

Postup 2:

Odběr lopatkou (do hloubky 0-30cm)

Laboratorní Směsný vzorek složený z 30 dílčích vzorků (náběrů)

Postup 3:

Odběr žlábkovým vrtákem (hloubka 0-100 cm)

Laboratorní Směsný vzorek složený z 10 dílčích vzorků (vpichů, náběrů)

Postup 4:

Odběr žlábkovým vrtákem (0-100cm)

Laboratorní Směsný 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 ~~na~~ v areálu úpravny odpadů Hamr n.J. – Stará Lužice.

Každý ~~z popsaných postupů~~ ~~postup~~ měl být realizován ~~vždy~~ dvěma vzorkovacími skupinami. ~~Bohužel~~ ~~jedna skupina nedodržela předepsaný postup!!!~~

V rámci praktické činnosti byly odebrány následující vzorky

Název vzorku/vzorkovací skupina)	Hloubka odběru	Počet dílčích vzorků dle instrukcí	Poznámky k postupu odběru vzorkovací skupiny
S-1	0 – 0,3 m	10 (postup 1)	Provedeno dle instrukcí
S-2	0 – 1 m	30 (postup 4)	Provedeno dle instrukcí
D-1	0 – 0,3 m	30 (postup 2)	Provedeno dle instrukcí
D-2	0 – 1 m	10 (postup 3)	Provedeno dle instrukcí
C-1	0 – 0,3 m	30 (postup 2)	Provedeno dle instrukcí
C-2	0 – 1 m	10 (postup 3)	Provedeno dle instrukcí
PB-1	0 – 0,3 m	10 (postup 1)	Vzorkovací skupina posádka postup nedodržela – místo 10 dílčích vzorků odebráno 5 dílčích vzorků

PB-2	0 – 1 m	30 (postup 4)	Vzorkovací skupina pesádka postup nedodržela – místo 30 dílčích vzorků odebrány 4 dílčí vzorky – 1 žlábkovým vzorkovačem, 3 lopatkou
V-2		15	Vzorkovací postup odpovídal postupu uvedenému v provozním řádu úpravního pracoviště Hamr n.j. – Stará

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 ambice - srovnávat výsledky jednotlivých postupů, nemohla být z důvodu nedodržení stanoveného postupu vzorkování naplněno domluveného postupu dodržena 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 se 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:

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

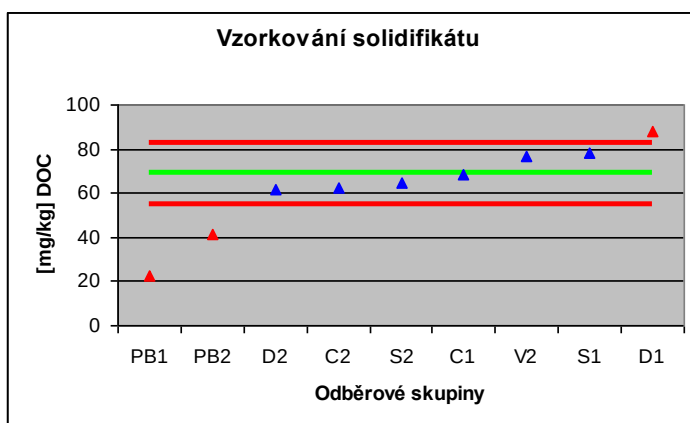
kde odhadem parametru rozptýlení je pivotové rozpětí $RL = XD - XH$. Hodnota kritických hodnot t_L je tabelována.

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 nespádá 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 ~~zeela~~-zmařen vzorkaři skupiny PB. ~~Tito borei z důvodů lenosti, či jiných, nám neznámých „vyšších“~~ ~~Důvodů nedodržení~~ požadovan~~ého~~ ~~y~~ postupu ~~nenenabyl objasněn dodrželi~~, čímž ~~pokazili dobrý~~ ~~Úmysl~~ pořadatelů a ~~úsilí~~ ~~ostatních~~ účastníků ~~doškolovacího semináře~~, finanční náklady byly znehodnoceny ~~způsobily vyhození peněz za provedené analýzy~~. Na druhou stranu ~~neodpovědný~~, jejich laxní až sobecký přístup ~~k plnění zadání vzorkači skupiny PB je dokumentován~~ ~~vykazuje~~ statisticky odlišný~~é~~ výsledk~~em~~y provedených zkoušek ~~– chybou vzorkaře při odběru vzorku. I tento výsledek je možné hodnotit jako významný ve smyslu hodnocení práce vzorkařů.~~

~~Smutné až varující je, že členy této vzorkovací skupiny byli členové zkušební komise certifikačního orgánu, což na tento orgán nevrhá zrovna dobré světlo.~~

Přílohy:

- Protokoly o odběru vzorků
- Protokoly o zkoušce