

Miloš H r u b ý , VÚHU

Měření těsnosti tělesa uzávěry důlního díla vůči průniku vzdušin
pomocí radioindikátorů krypton 85 a metan $^{14}\text{CH}_4$

Úvod

Na základě technické politiky SHD bylo do výzkumného úkolu H 50-125-003-08 zařazeno jako intenzifikační program ověřování těsnosti uzávěr důlních děl používaných v SHD a uhelného pilíře pomocí radioindikátoru krypton 85. Program byl dále doplněn o požadavek vývoje přenosného detekčního zařízení pro ^{85}Kr pro potřebu přímého zjišťování proudění vzdušin v hlubinném dole.

V roce 1988 byla jako první fáze provedeno měření průniku vzdušin vlastním tělesem u čtyř typů uzávěr, aby v příštím období mohly práce pokračovat zjišťováním průniku vzdušin uhelným pilířem okolo postavené uzávěry měřením v hlubinných dolech SHD.

V této práci byly využity dlouholeté zkušenosti Laboratoře užité jaderné fyziky (LUJF) Výzkumného ústavu pro hnědé uhlí ze stanovení velmi nízkých aktivit pomocí kapalných scintilátorů. Umožnily také vypracovat metodiku pro stanovení velmi nízkých aktivit $^{14}\text{CH}_4$ (metan značený radioaktivním uhlíkem 14), a nyní bude možné provádět stopovací zkoušky s $^{14}\text{CH}_4$ pro zjišťování chování a komunikací v různých podmínkách přímo v terénu.

Současně byl v roce 1988 vyvíjen a zhotoven prototyp jednoúčelového kompaktního přenosného přístroje pro kvantitativní detekci nízkých aktivit ^{85}Kr v plynech.

Měření průniku vzdušin tělesem důlních uzávěr

Měření těsnosti uzávěr bylo provedeno v poloprovozních podmínkách v pokusné štolě VÚHU na Dole Obránců míru.

Štola je cca 100 m dlouhá, vybetonovaná. Uzávěry byly stavěny na jejím konci, kde uzavřely prostor o objemu cca 45 m³. Uspořádání experimentů je schematicky znázorněno na obr. 1.

Stěny a podlaha prostoru uzavřeného uzávěrami byly utěsněny nástřikem Slovilaku s cílem omezit úniku vzdušin do okolí na minimum, spára mezi uzávěrou a stěnou chodby byla utěsněna nátěrem gumoasfaltu. Také veškeré průchody uzávěrou byly utěsněny silikonovým tmelem.

Stavbu uzávěr prováděli zkušení pracovníci HBZS v Mostě standardním způsobem používaným v důlních dílech. Měření bylo provedeno pro tyto uzávěry:

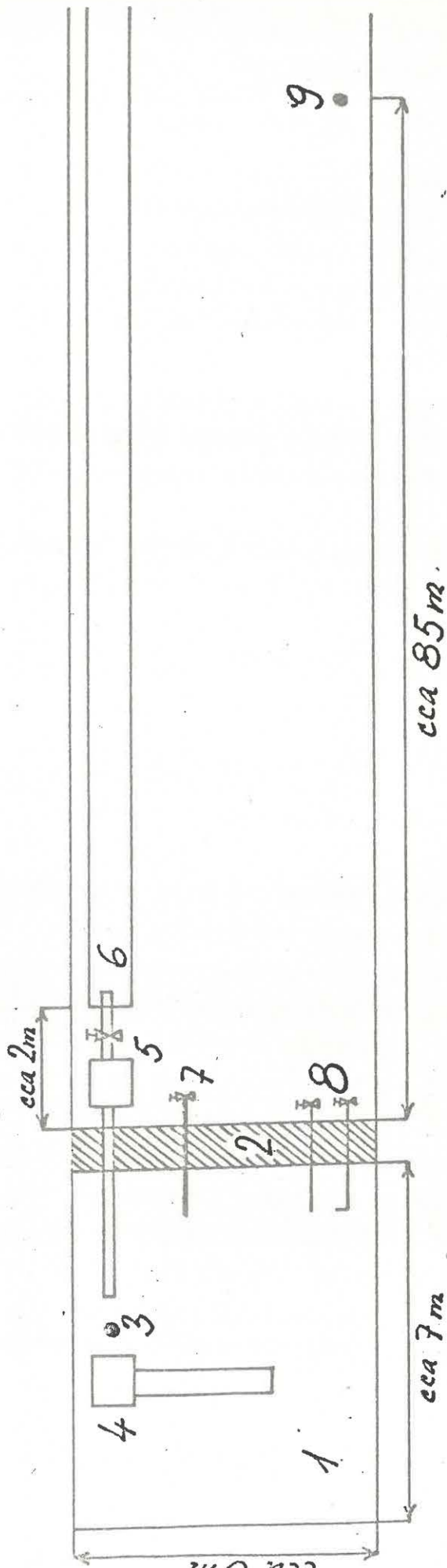
- tvárnice o síle stěny 30 cm
- cihlová o síle stěny 15 cm
- špalíková o síle stěny 120 cm
- jutosádrová přepážka.

Uzávěry byly s výjimkou jutosádrové přepážky z vnější strany omítnuty vápennou omítkou.

Provedené hráze jsou vyobrazeny na obr. 2 a 3, s výjimkou jutosádrové přepážky je pohled ze strany uzavřeného prostoru.

Injekce stopovače byla jednorázová - při provádění experimentu byly v uzavřeném prostoru rozbuškou rozstřeleny ampule s ⁸⁵Kr. Pro rychlé rozptýlení stopovače sloužil ventilátor a také tomu napomáhalo umístění trubky, převádějící vzduch pro vytvoření přetlaku.

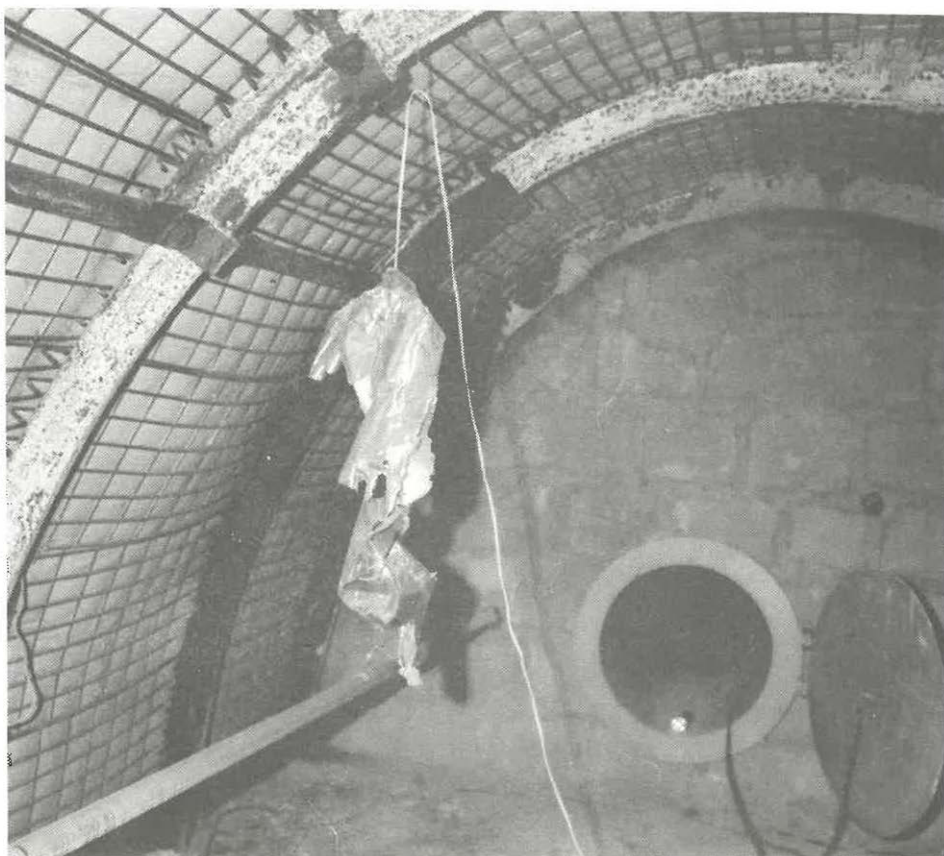
Pro zvýšení tlaku v uzavřeném prostoru byl nejprve použit návěs s tlakovými láhvemi, používaný DVÚZ pro inertizaci důlních děl. Jeho použití však bylo příliš komplikované a docílený přetlak byl cca 5 mm vodního sloupce (cca 50 Pa). Pro další zkoušky pak bylo ověřeno a potom používáno zvýšení tlaku pomocí vysavače ETA 3400. Vysavač odbíral vzduch z přívodu



Obr. č. 1 - Schematické znázornění podmínek v chodbě

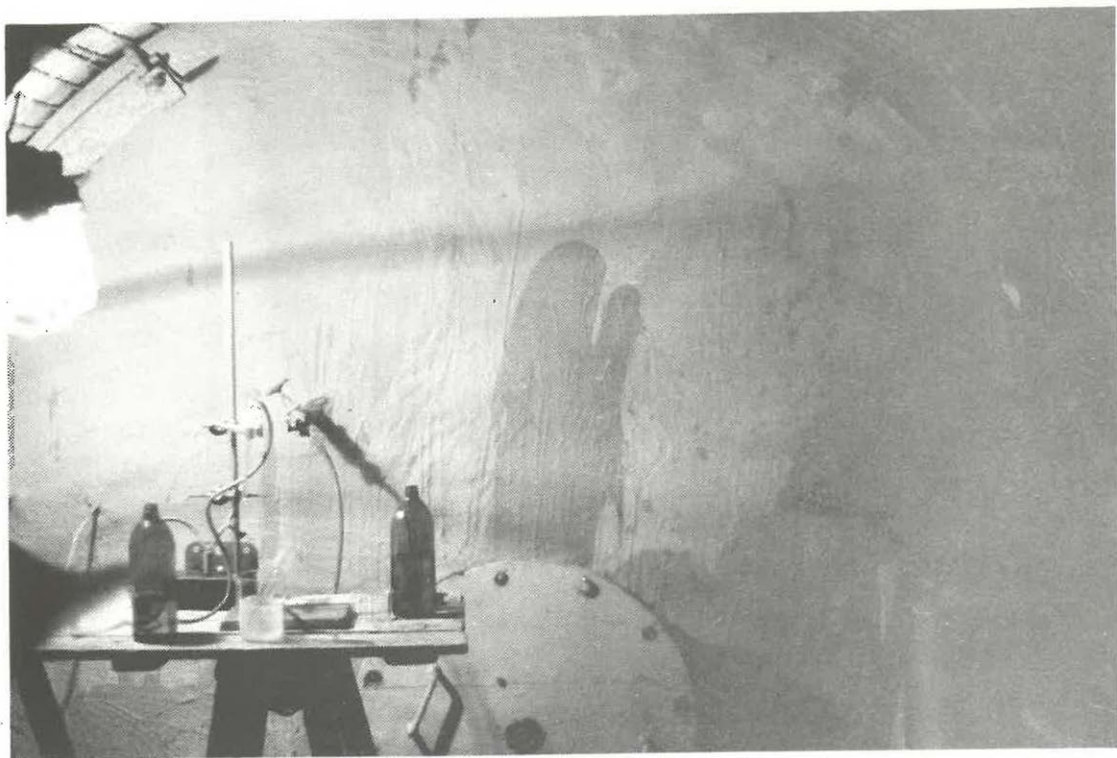
- 1 - označený prostor
- 2 - uzavěra důlního díla
- 3 - místo injekce
- 4 - ventilátor
- 5 - přívod vzduchu do značeného prostoru (s plynoměrem)

- 6 - ovětrávání chodby
- 7 - odběr vzorků
- 8 - měření přetlaku
- 9 - odběr vzorků a měření scintilační sondou v chodbě



Obr. 2

Uzávěry z tvárníc a ze špalíků



Obr. 3

Cihlová uzávěra a jutosádrová přepážka

větrání štoly a dosáhl stejného přetlaku jako návěs s dusíkem tj. 50 Pa, při tomto přetlaku pak bylo měření prováděno. Množství přiváděného vzduchu do uzavřeného prostoru bylo sledováno pomocí plynoměru typu G 65. Teplota vzduchu v uzavřeném prostoru nepodstatně kolísala okolo 17⁰ C.

Odběr vzorků byl prováděn ve štole 85,20 m od uzavěry ve výšce 0,98 m a vzdálenosti od stěny 1,08 m. Štola byla ovětrávána výkonem 50 m³/min., přívod větrání končil cca 2 m před uzavěrou. V místě odběru vzorků byla naměřena rychlost proudění vzduchu 0,18 až 0,20 m/min.

Stanovení specifické aktivity ⁸⁵Kr ve vzdušínách ve štole bylo prováděno metodou kapalinové scintilační spektrometrie.

LUJF má dlouholeté zkušenosti se stanovením nízkých aktivit radiouhlíku ¹⁴C a tritia ³H a pro tyto práce je vybavena kapalinovým scintilačním spektrometrem Rack Beta 1219 Spectral (LKB). Proto bylo možné v krátké době zvládnout detekci stopovačů ⁸⁵Kr a ¹⁴CH₄. Metoda předpokládá odběr vzorků záchytem radioindikátoru do vhodného kapalného media buď přímo na místě nebo po odběru vzorku plynu následně v laboratoři. Vlastní stanovení radioindikátoru je prováděno laboratorním měřením kapalinovým scintilačním spektrometrem při stabilizované teplotě s prováděním korekce na chemiluniscenci. Je používána srovnávací metoda - současně je měřen etalon příslušného radionuklidu a vzorek pro stanovení korekce na pozařový jev.

Při stanovení ⁸⁵Kr je využívána schopnost aromatických uhlovodíků zachycovat vzácné plyny, které jimi procházejí. V našem případě byl odběr vzorků prováděn záchytem ⁸⁵Kr přímo v terénu do toluenu.

Baňkou naplněnou toluenem byl malým čerpadlem proháněn přes skleněnou fritu sledovaný vzduch a ze vzniklých bublinek byl v toluenu zachycován ⁸⁵Kr. Vzhledem k tomu, že pro měření v přístroji Rack Beta 1219 je používáno 20 ml toluenu s pří-

davkem 1 ml scintilátoru Liquiflour, bylo pro odběr používáno 30 ml toluenu. V tomto objemu se rovnovážný stav ustavil po probublání 8l ml vzduchu, další množství prošlého vzduchu již neovlivňuje četnost detekovaných impulsů.

Experiment vycházel z ověření modelu exponenciálního zředování stopovače v prostoru uzavřeném hrází. V tomto případě není výpočet prováděn na základě bilance celkové aktivity ^{85}Kr , která je vzhledem k chybám měření potřebných veličin zatížena značnou nepřesností. Výpočet průniků vzdušin vycházel z exponenciální závislosti poklesu aktivity v uzavřeném prostoru na čase popsany vztahem:

$$A = A_0 \cdot \exp \left\{ - \frac{Q}{V} \cdot (t - t_0) \right\} \quad /1/$$

kde A je celková aktivita ^{85}Kr v čase t v uzavřeném prostoru
 A_0 je celková aktivita ^{85}Kr v čase t_0 v uzavřeném prostoru
 V je objem uzavřeného prostoru
 Q je průtok vzdušin uzavřeným prostorem

Po zlogaritmování vztahu /1/ dostaneme pro logaritmus aktivity lineární závislost na čase t

$$\ln A = - \frac{Q}{V} \cdot (t - t_0) + \ln A_0 \quad /2/$$

Změříme-li časovou závislost aktivity, potom ze směrnice přímky lze určit průnik Q vzdušin z uzavřeného prostoru do štol.

Vzhledem k relativně dlouhému poločasu rozpadu ^{85}Kr není nutné provádět korekci na rozpad radioindikátoru.

Platnost modelu exponenciálního zředovače pro dané podmínky experimentu byla ověřena sledováním časové změny úbytku aktivity ^{85}Kr v uzavřeném prostoru. V případě tvárniceové uzavěry je porovnání zjištěných hodnot s exponenciálou graficky

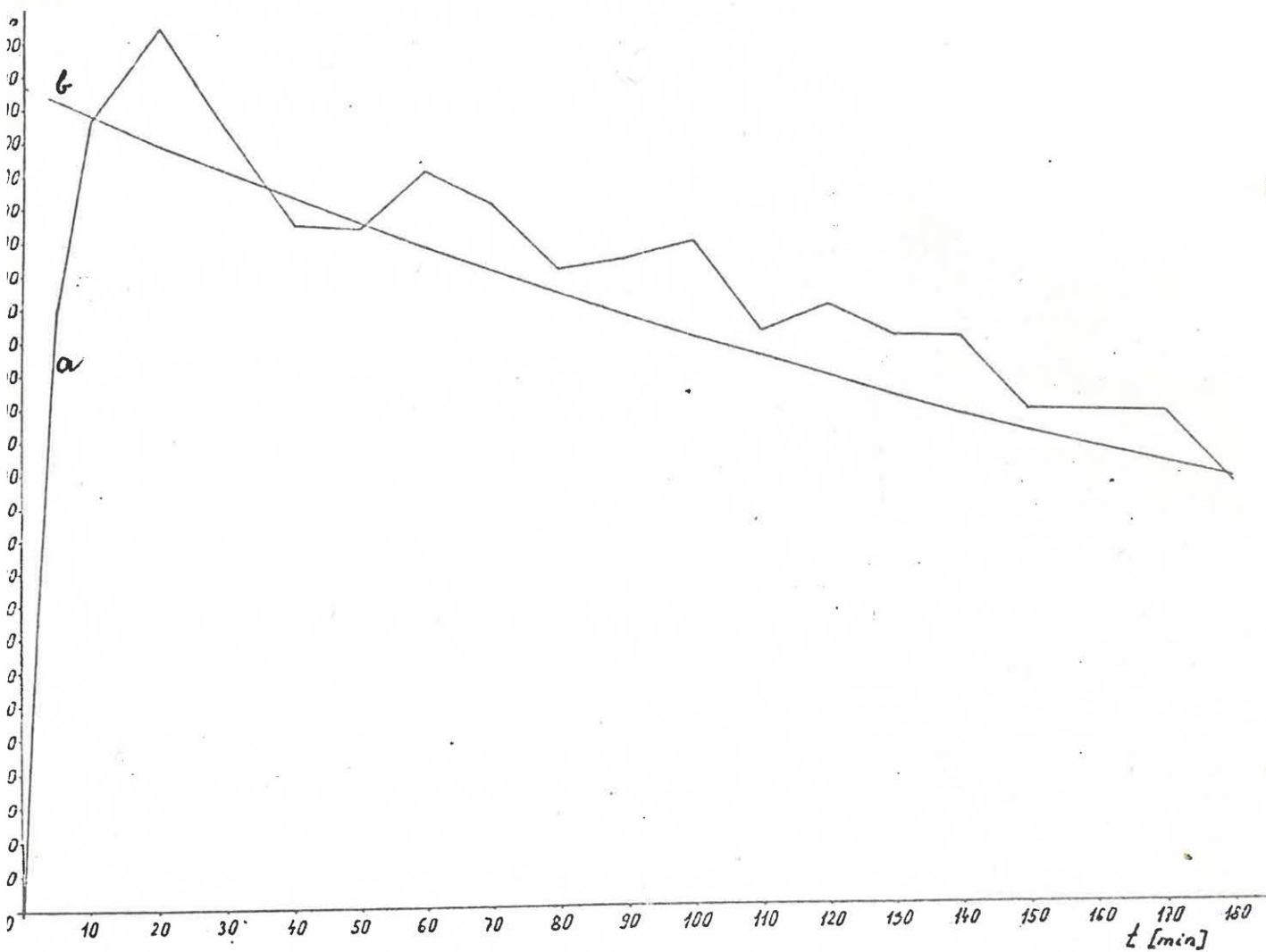
znázorněno na obr. 4 a 5.

Výpočet průniku vzdušin do štoly byl potom vypočten lineární regresní analýzou z časové závislosti změřené aktivity ⁸⁵Kr ve vzduchu ve štole ze vztahu /2/. Zjištěné hodnoty jsou uvedeny v tabulce 1. Korelační koeficienty provedené analýzy, uvedené také v tabulce 1., přitom potvrzují oprávněnost použití uvedeného modelu.

Pokud porovnáváme výsledky průniku vzdušin jednotlivými uzávěrami, vidíme, že u špalíkové, cihlové a tvárnicevé uzávěry jsou hodnoty srovnatelné. Průnik vzdušin se pohybuje od 20 do 70 l/min. na 1 m² plochy uzávěry při přetlaku 50 Pa. U jutosádrové přepážky po vyschnutí sádry je pojem těsnosti vůči průniku vzdušin z praktického hlediska velmi diskutabilní.

Stopovací zkoušky ověřily, že k průniku stopovače dochází prakticky ihned po provedení injekce. Maximum aktivní vlny bylo dosaženo po 15 až 30 minutách po odstřelu, potom již nastal pokles aktivity stopovače s exponenciální závislostí na čase (vlivem zředování v uzavřeném prostoru).

Při experimentu bylo zároveň provedeno lokální ověřování průniku ⁸⁵Kr uzávěrami přenosnou sondou s plastickými scintilátorem. Byly zjištěny významné průniky stopovače spárami i v omítce i v tělese uzávěry po odstranění omítky. Vyplývá z toho potvrzení poznatku, že z hlediska těsnosti uzávěry vůči průniku má omítka větší vliv, než síla zdi uzávěry. Pokud je tedy potřebné zajistit zvýšenou těsnost uzávěry, je nutné použít nátěr omítky, např. cementový potěr, nebo do omítky přidat moderní disperzní akrylátové přípravky.

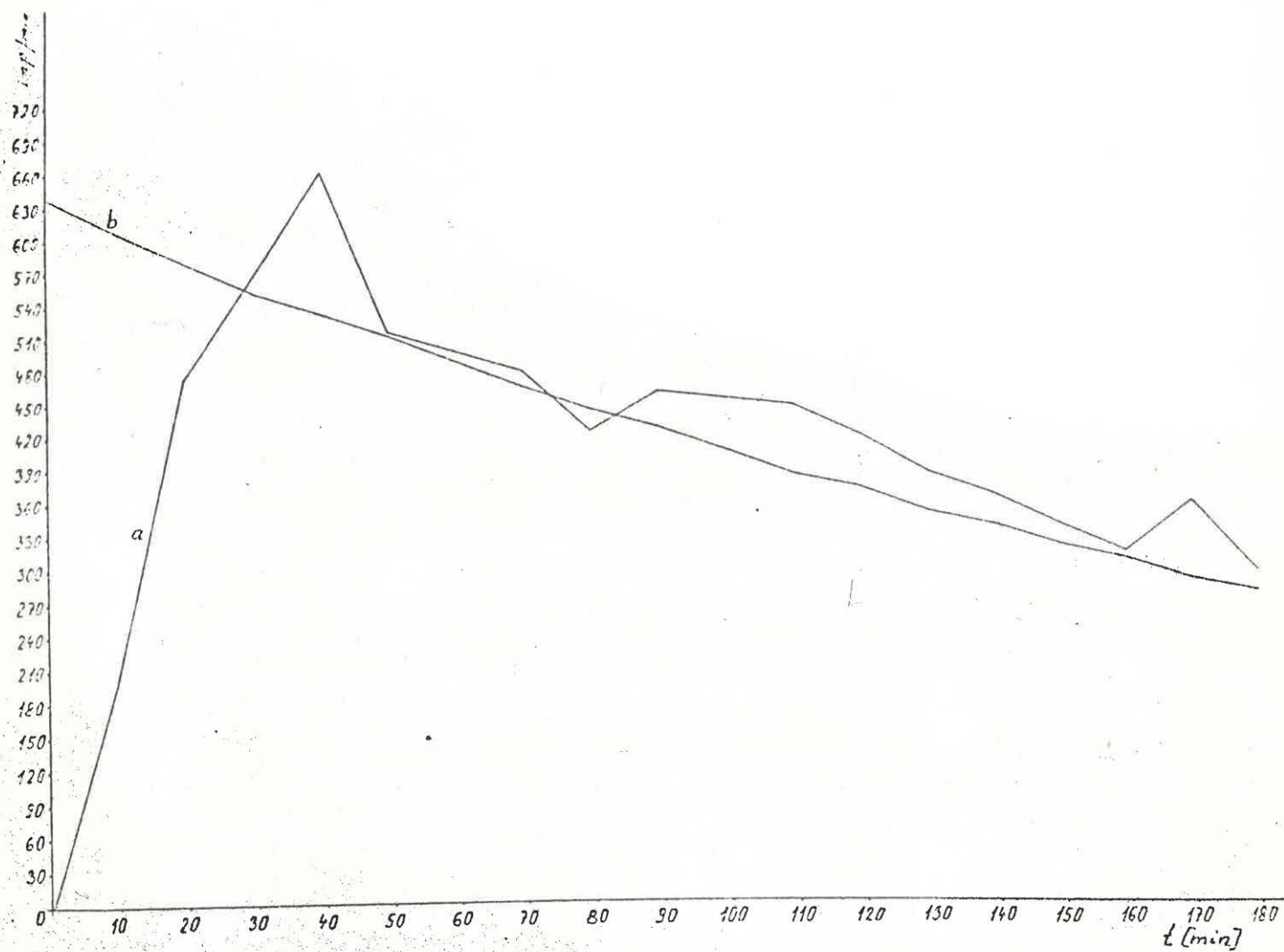


Obr. 4

Časový průběh aktivity ^{85}Kr v uzavřeném prostoru

křivka a - naměřené hodnoty

křivka b - extrapolace metodou nejmenších čtverců



Obr. 5

Časový průběh aktivity ^{85}Kr v pokusné štole

křivka a - naměřené hodnoty

křivka b - extrapolace metodou nejmenších čtverců

Průnik vzdušín přes uzávěry do štol

Tabulka 1

	Typ uzávě- ry: tvár- nice (30 cm)	Cihla (15 cm)	Špalíky (120 cm)	Jutosádrová přepážka (po vyschnutí sádry)
===== ⁸⁵ Kr =====				
Stopovač ⁸⁵ Kr I. moment aktivní vlny (min)	106	63	125	72
Celkový průnik Q (m ³ /min)	0,415	0,389	0,141	1,228
Průnik jednotkou plochy uzávěry (m/min)	0,067	0,063	0,023	0,198
Korelační koeficient li- neární regrese	0,98	0,98	0,96	0,96

Celkový průtok vzdušín do uzavřeného prostoru (údaj plynoměru) (m ³ /min.)	0,541	0,521	0,167	1,400
Objem uzavřeného prosto- ru (m ³)	44	45	38,5	45,8
Přetlak (Pa)	49	54	50	49

Přístroj pro stanovení ⁸⁵Kr

Metoda kapalných scintilátorů je laboratorní a pro pří-
mé měření v důlním díle se nehodí. Zde je nejvhodnější meto-
da také založená na scintilačním efektu, ale s využitím pev-
ného scintilátoru. Oproti kapalným scintilátorům má sice po-
užití sondy s pevným scintilátorem svá omezení, zejména vy-
žaduje vyšší aktivitu zářičů, pro potřeby stopovacích zkou-
šek s ⁸⁵Kr však vyhovuje.

Při vývoji zařízení bylo zvažováno použití ionizační ko-
mory a scintilační sondy ve spojení s jednoúčelovým analyzá-
torem. Práce na detekčním zařízení byly prováděny v kooperaci
s Ing. J. Gerndtem z katedry FJFI ČVUT v Praze.

Použití ionizační komory, která by umožňovala v terénu přímo detekovat $^{14}\text{CH}_4$, se ukázalo vzhledem k současným technickým možnostem elektroniky nereálné. Práce se proto soustředily na použití scintilační sondy a v rámci uvedené kooperace byl pro terénní měření postaven funkční prototyp jednoduchého kompaktního přenosného detekčního zařízení (obr. 6).

Pro detekci záření beta je zde použita scintilační sonda NKQ 312 s plastickým scintilátorem SPD 31. Průtok vzduchu je regulovatelný v rozmezí od 0,4 do 0,8 l.min⁻¹. Přístroj je vybaven výstupem pro zapisovač 2,5 V/4 mA. Pro napájení jsou použity monočlánky, pro jednu náplň je doba provozu větší než 20 hodin.

Celé zařízení je umístěno v jedné hliníkové skříni, celková hmotnost včetně skříně je 18 kg.

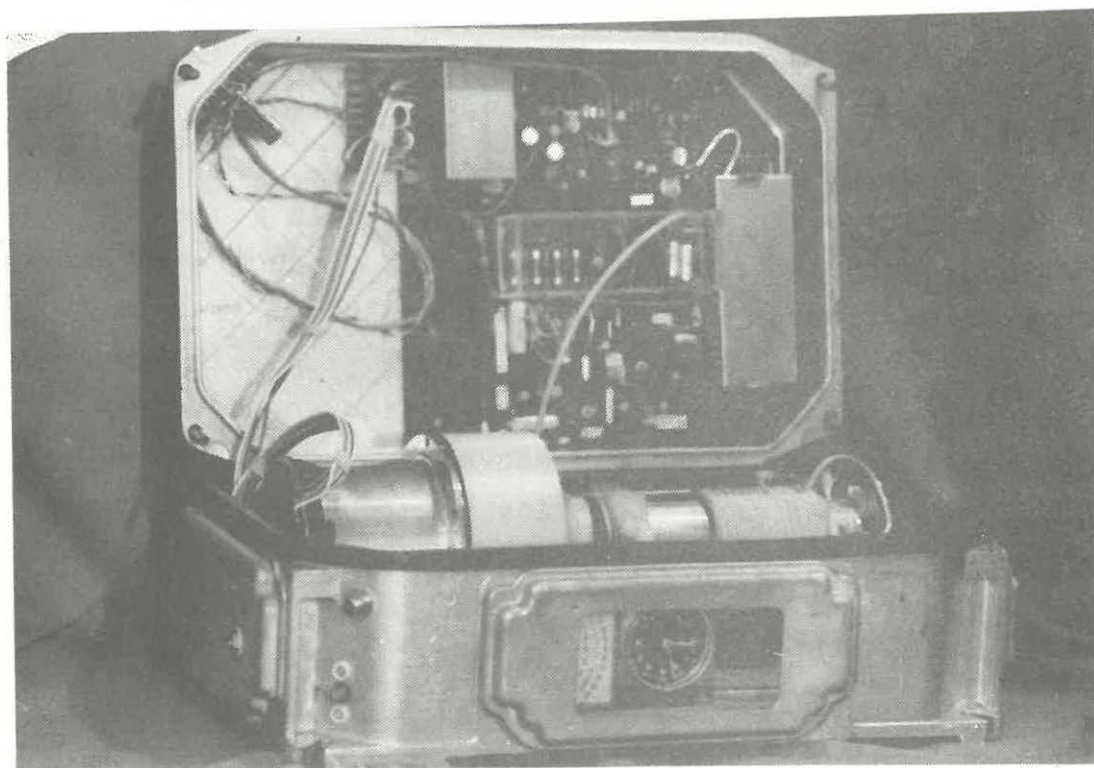
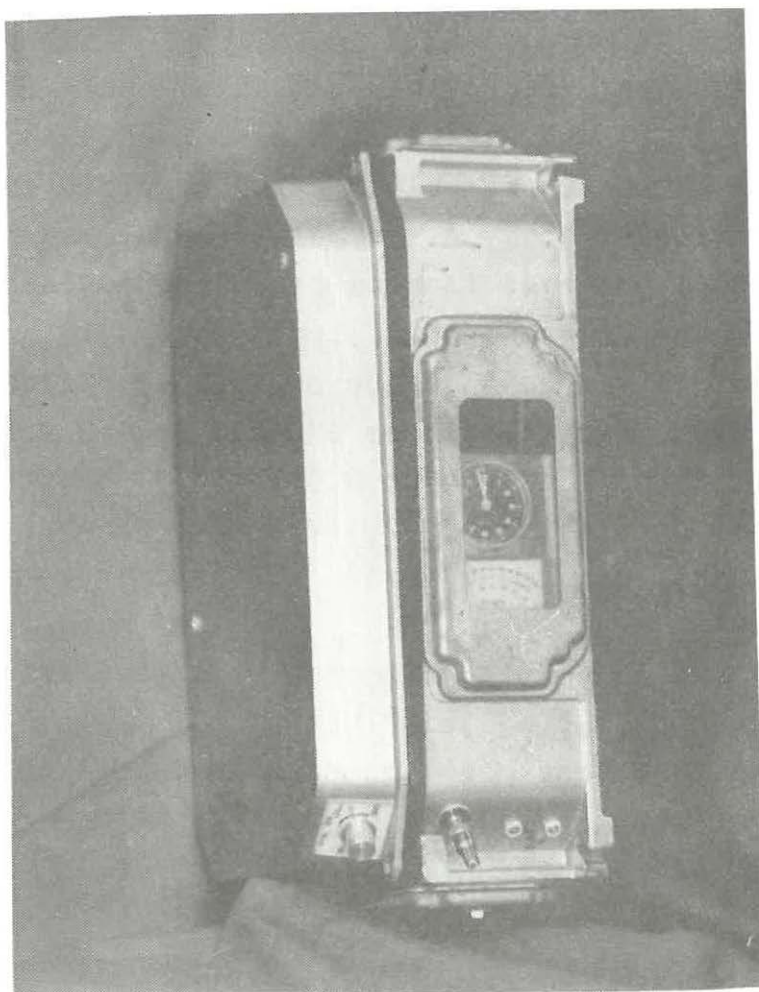
V letošním roce bude přístroj doplněn o číslicový výstup a pro zjišťování průtahů větrů v hlubinných dolech SHD budou zhotoveny další přístroje.

Metoda stanovení $^{14}\text{CH}_4$

Pro přípravu vzorků k detekci $^{14}\text{CH}_4$ bylo zvoleno spalení metanu v přebytku kyslíku, přítomného v odebíraném vzorku vzduchu na platinovém katalyzátoru s následným jímáním produktů spalování v roztoku NaOH.

Experimentálním ověřováním byly stanoveny podmínky a postup byl optimalizován následovně:

Vzorky ovzduší jsou odbírány v terénu do odběrových vaků a potom je v laboratoři vzorek vzduchu přepuštěn do evakuované zředovací nádoby o objemu cca 300 ml.



Vlastní spalování probíhá na Pt katalyzátoru vyhřívaném v peci na 700°C a vzhledem k postupnému zředování je nutné spalování provádět recirkulačním cyklem v uzavřeném okruhu. Recirkulace je zajišťována peristaltickým čerpadlem. Vzniklý oxid uhličitý, obsahující ^{14}C , je jímán do 5 ml 0,2 N roztoku NaOH. Při rychlosti čerpání 60 ml/min. je po 15 minutách dosaženo minimálně 97 % zachytu ^{14}C v roztoku NaOH.

Aparatura pro přípravu vzorků spalováním metanu je zobrazena na obr. 7 a 8.

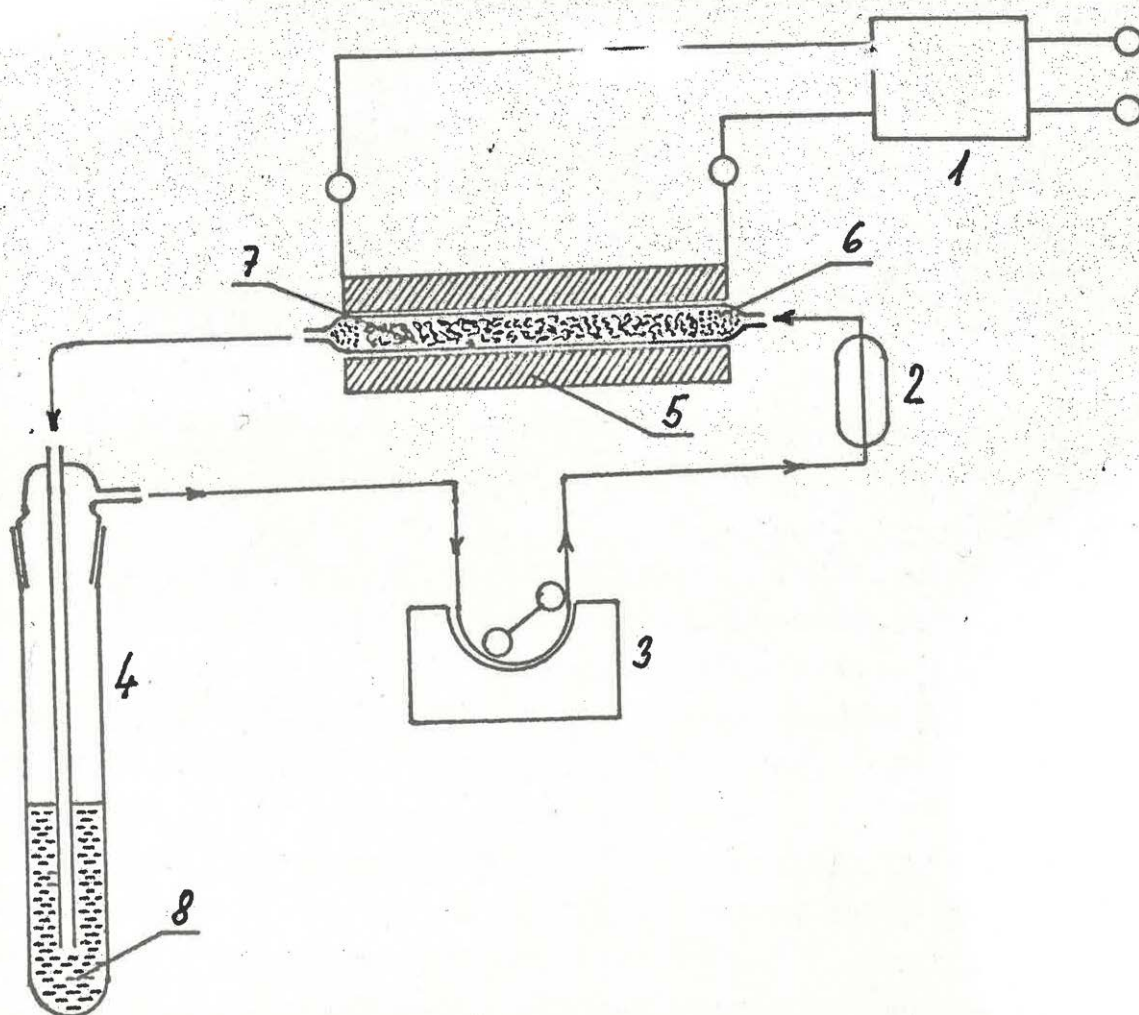
Po skončení procesu spalování metanu je k 5 ml vzorku přidáno 15 ml směsného scintilátoru např. READY - SOLV MP a pomocí spektrometru Rack Beta 1219 je stanoven obsah ^{14}C .

Pro terénní měření měření byl stopovač $^{14}\text{CH}_4$, který je označen radioaktivním ^{14}C , vyroben na objednávku v ÚVVVR Praha. Při praktickém ověřování těsnosti uzávěr bylo v jednom případě (uzávěra z tvárnic) ověřeno použití $^{14}\text{CH}_4$.

Zjištěná časová závislost aktivity ^{14}C v odebraných vzorcích vzduchu v chodbě je znázorněna na obr. 9 a velmi dobře souhlasí se zjištěným časovým průběhem aktivity ^{85}Kr .

Závěr

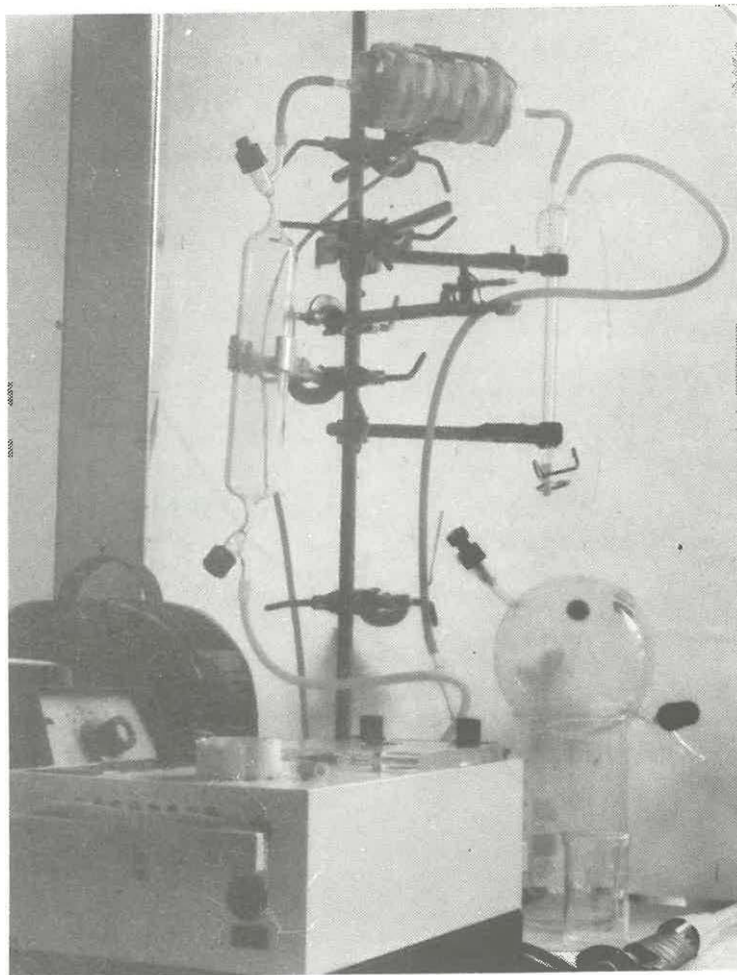
Metoda ověřování těsnosti pomocí radionuklidu ^{85}Kr otvírá v SHR možnost ověřování těsnosti uhelných pilířů, závalů při komorovém i stěnovém dobývání včetně zjištění rychlosti průniku důlních plynů. Vytváří dále možnost ověření rozptylu inertizačních plynů v závalu stěnového porubu, rychlost průniku inertizačních plynů závalem apod. Metoda může přispět k rozšíření poznatků, souvisejících s hlubinným dobýváním v SHR.



Obr. č. 7

Schéma zařízení pro přípravu vzorků $^{14}\text{CH}_4$

- Legenda:
- 1 - triakový regulátor
 - 2 - zředovací nádobka 300 ml
 - 3 - peristaltické čerpadlo
 - 4 - sorbční nádobka
 - 5 - pec
 - 6 - křemenná vata
 - 7 - Pt asbest
 - 8 - jímač $^{14}\text{CO}_2$



Obr. 8
Zařízení pro přípravu vzorků $^{14}\text{CH}_4$

Obr. č. 9 - Časová závislost aktivity ^{14}C v chodbě - unik vzdušín přes tvárniceovou uzávěru

