

Ing. Zdeněk F o r m á n e k, CSc, VÚHU, a. s. Most,
Ing. Vítězslav K r e m l á č e k, DNT

Výsledky provozních zkoušek vzorkovače a analyzátoru RODOS na DNT

Ergebnisse eines Pilotversuches mit dem APS-Probenahmesystem im staatl. Unternehmen Doly Nástup Tušimice

Im Beitrag wird die Durchführung eines Pilotversuches über die Eignung des APS-Probenahmesystems für die Schwefelbestimmung in Braunkohlenförderströmen des staatl. Unternehmens "Doly Nástup Tušimice" beschrieben. Das Gerät funktioniert auf Prinzip der Entnahme des Braunkohlenstaubes entnommenen aus der untersuchten Braunkohle an der Bandübergabestelle.

Das Ziel dieses Versuches war es, die Übereinstimmung oder Korelation zwischen der Zusammensetzung der entnommenen Probe und untersuchter Kohle festzustellen.

Es wurde ermittelt, daß die Zusammensetzung der entnommenen Proben unterscheidet sich im wesentlichen von der Kohlenzusammensetzung, aber weist zu ihr eine sehr gute Korelation auf.

Mit Rücksicht auf einen sehr hohen Preis dieses Systems (1,3 - 1,55 Mil. DM) wurde sein Einkauf zu dieser Zeit nicht empfohlen. Als eine von Lösungen wurde die klassische Probenahme mit Probenaufbereitung zu Feinkörnern und ihre Messung durch Gerät von PAR vorgeschlagen.

Results of operating tests of the sampler and analyzer RODOS at DNT (Mines Nástup Tušimice)

In the article it is described the operating test of the RODOS appliance at DNT. The appliance is founded on the belt transfer point.

The purpose of the operating test was to find out the coincidence and correlation between the composition of taken sample and measured coal.

It was found out that the composition of taken samples distinguish enough from the coal composition, but it is very well correlation with it. Because of high price (1,3 - 1,55 million DM) it was not for the present time the purchase of the appliance recommended, as suitable solution it was

proposed the classical sampling with the sample treatment on the fine grain and their measurement by the PAR appliance.

Результаты эксплуатационного испытания пробоотборника и анализатора RODOS на предприятии Шахты Наступ, Тушимиче

В статье описывается эксплуатационное испытание прибора "RODOS" на предприятии Шахты Наступ, г. Тушимиче. Прибор работает по принципу отборки пыли из проб угля на узле перегрузки конвейерного транспорта. Цель испытания заключалась в установлении совпадения или корреляции между составом отобранной пробы и измеряемого угля. Было установлено, что состав отобранных проб довольно значительно отличается от состава угля, однако находится с ним в очень хорошей корреляции. С учетом высокой цены прибора (1,3 - 1,5 млн. марок ФРГ) его приобретение пока не рекомендуется; в качестве подходящего решения предлагается классический отбор проб с их приспособлением на мелкую зернистость и с измерением при помощи прибора PAR.

Výsledky provozních zkoušek vzorkovače a analyzátoru RODOS na DNT

V článku je popisována provozní zkouška přístroje RODOS na DNT. Přístroj je založen na principu odběru prachu vzorkovaného uhlí na pasovém přesypu.

Účelem provozní zkoušky bylo zjistit shodnost nebo korelaci mezi složením odebraného vzorku a měřeného uhlí.

Bylo zjištěno, že složení odebraných vzorků se dosti liší od složení uhlí, ale je s ním ve velmi dobré korelaci. Pro vysokou cenu (1,3 - 1,55 milionu DM) nebyl zatím nákup přístroje doporučen, jako vhodné řešení bylo navrženo klasické vzorkování s úpravou vzorků na jemné zrna a jejich měření přístrojem PAR.

Úvod

V celém národním hospodářství se stále více uplatňuje požadavek na ekologizaci a snižování negativních vlivů lidské činnosti na životní prostředí.

Pro spotřebitele energetických surovin to znamená požadavek na snižování obsahu škodlivin v exhalacích.

To se odráží i v legislativě - jak v limitech, které obsahy škodlivin v exhalacích nesmí překročit, tak v poplatcích, které je nutno za ně odvádět.

U dodavatelů paliv je pak logicky vyžadováno dodržení limitů škodlivin v uhlí. Tento požadavek je možno dodržet jen za předpokladu dobrých předběžných znalostí složení uhlí z geologického průzkumu a průběžné kontroly jeho kvality při těžbě a úpravě.

Průběžná kontrola paliva je možná v podstatě dvěma způsoby - častým vzorkováním s následnou úpravou a analýzou vzorku, nebo kontinuálním měřením, jehož výsledky jsou pak průměrovány za požadovaný interval.

Nejkritičtější škodlivinou v uhlí je síra (při výpočtu poplatků za znečišťování ovzduší činí podíl síry téměř 70 % celkové sumy), proto měření jejího obsahu je věnována největší pozornost.

Tyto problémy jsou řešeny také na DNT, kde bylo 27. 1. 1992 rozhodnuto vyzkoušet oba směry řešení tak, že bude z VZUP Kamenná objednán kontinuální síroměr NASU a budou provedeny zkoušky s nekonvenčním vzorkovačem RODOS.

Cílem tohoto článku je seznámit veřejnost s výsledky zkoušek vzorkovače a síroměru RODOS.

Popis zařízení RODOS

RODOS je výrobek firmy Analytische Produktions-, Steuerungs- und Controlgeräte GmbH Kromberg, SRN.

Jde o nekonvenční vzorkovač, analyzátor a obslužný systém, pracující tak, že odebrané vzorky jsou automaticky předávány do analyzátoru a měřeny (s nejkratším intervalem měření 1 minuta) a výsledky jsou vyhodnocovány připojeným počítačem.

Vzorkování je založeno na principu odsávání prachu měřeného materiálu na vhodném místě, nejčastěji přesypu pásové dopravy. Z odsátého prachu je pak vydělena určitá frakce a ta je vlastním vzorkem. Princip metody je v tom, že složení takto vydělené frakce prachu není sice totožné se složením vzorkovaného materiálu, ale je mezi nimi přesně definovaný vztah s velmi dobrou korelací.

Vzorky jsou analyzovány rentgenfluorescenčním analyzátozem, kterým je možno stanovit obsah popela, síry a některých dalších prvků.

Vkládání vzorků do analyzátoru, vyprazdňování vzorkovnic a další obslužné činnosti vykonává jednoúčelový manipulátor.

Celé zařízení je poměrně komplikované, protože pro trvalý automatický provoz musí být kontrolována řada parametrů. Jako zdroj energie slouží mimo elektrického proudu také tlakový vzduch, na jehož množství i kvalitu jsou poměrně přísné požadavky.

Zkoušky zařízení RODOS.

Zařízení RODOS bylo testováno ve dnech 11 - 15. 5. 1992 na NZ 1 závodu UL DNT. Přímo na závodě byla testována pouze vzorkovací část, získané vzorky pak byly měřeny na zařízení instalovaném v SRN.

Aby byly získány skutečně reprezentativní hodnoty za prakticky použitelnou dobu, byly zkoušky prováděny takto:

Odběrové zařízení bylo instalováno na posledním přesypu, asi 60 m před vzorkovačem, odebírajícím vzorky uhlí, padajícího do zásobníku.

Vzorkovač byl pro zkoušky upraven tak, že byla vyřazena drtící část, takže získané vzorky byly neupravené.

Protože RODOS odebírá vzorek kontinuálně po dobu 1 minuty, odpovídá složení vzorkovaného uhlí průměrné hodnotě množství, které pod ním za tuto dobu prošlo.

Naproti tomu vzorkovač DNT odebírá bodový vzorek v daném okamžiku. Aby tyto hodnoty byly srovnatelné, bylo by nutné za minutu odebrat minimálně 10 vzorků vzorkovačem, což není technicky možné. Proto bylo voleno následující řešení:

Vždy v okamžiku, kdy na pase bylo uhlí o požadované kvalitě, bylo spuštěno vzorkovací zařízení RODOS na 1 minutu a vzorkovač DNT byl spuštěn se zpožděním, vypočteným tak, aby vzorek byl odebrán ve středu délky, vzorkované RODOS. Vzorek, odebraný vzorkovačem DNT, byl pak v laboratoři podrcen a z takto upraveného materiálu byl manuálně pomocí RODOS odebrán další vzorek. Byly tedy z každého měření získány 3 vzorky:

- A - vzorek, odebraný vzorkovačem DNT,
- B - vzorek, odebraný ze vzorku A vzorkovačem RODOS
- C - vzorek, odebraný z pasu vzorkovačem RODOS

Mezi jednotlivými měřeními byly odebírány vzorkovačem RODOS orientační vzorky, které sloužily pro orientační zjištění kvality těženého uhlí a určení, zda má být v daném okamžiku vzorkováno.

Celkem bylo odebráno 22 serií vzorků A,B,C.

Pro hodnocení kvality vzorkovače je důležitá shoda mezi vzorky A a B, protože tam je zaručeno, že se skutečně jedná o tentýž materiál. U vzorků C je nutno počítat s možností, že bodový odběr neodpovídá průměrné kvalitě za dobu měření RODOS a proto dojde k odchylkám.

Všechny vzorky byly v laboratoři DNT upraveny, redukovány a byl u nich stanoven obsah vody, popela a síry.

Po skončení prací byly vzorky B převezeny do SRN a analysovány na RF analyzátoru OUTOKUMPU X - Met 880, který je součástí tam instalovaného zařízení RODOS.

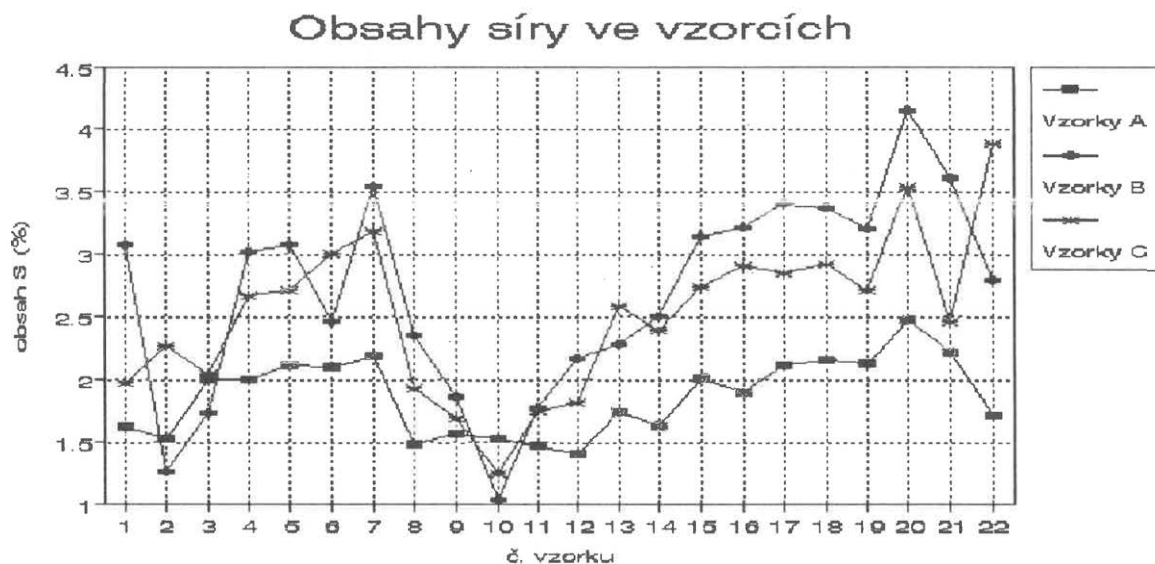
Výsledky zkoušek.

Všechny získané hodnoty byly zpracovány regresní analýzou a výsledky jsou uvedeny v tabulkách.

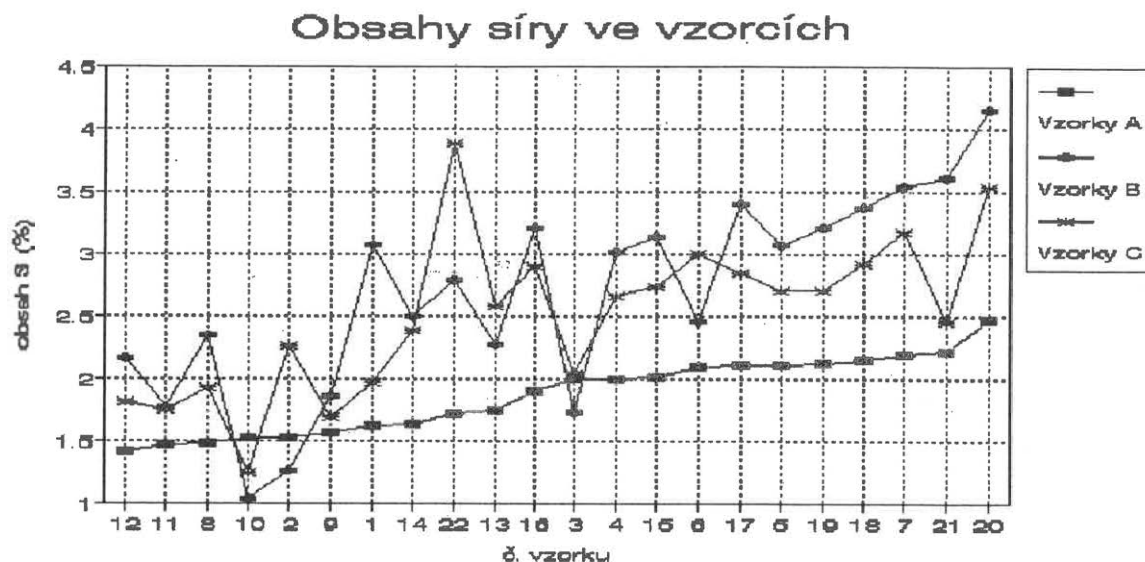
Tabulka 1 - Obsahy síry, popela a vody v odebraných vzorcích

č.vz.	A			B			C		
	S %	A %	W %	S %	A %	W %	S %	A %	W %
1	1.62	20.4	35.3	3.07	21.6	32.1	1.97	19.2	34.1
2	1.53	15.0	37.1	1.26	18.0	32.9	2.26	16.0	35.3
3	2.00	20.1	36.2	1.73	21.1	31.8	2.03	20.9	30.1
4	2.00	30.6	31.9	3.01	31.1	27.8	2.66	29.2	29.5
5	2.11	27.2	32.7	3.06	29.6	28.3	2.71	29.2	27.9
6	2.09	23.8	34.4	2.45	26.9	29.3	2.99	25.0	31.0
7	2.19	23.8	34.7	3.54	25.4	29.8	3.18	23.0	28.9
8	1.48	14.1	37.2	2.34	19.3	32.5	1.92	16.9	35.0
9	1.56	15.8	36.9	1.86	19.8	33.6	1.69	17.8	34.2
10	1.52	12.2	37.6	1.04	16.3	33.1	1.24	13.8	35.6
11	1.47	14.8	36.7	1.77	18.9	31.7	1.74	17.7	34.1
12	1.42	14.7	36.4	2.17	18.0	32.2	1.82	17.6	34.6
13	1.75	15.4	37.2	2.28	18.5	32.4	2.58	17.6	34.5
14	1.64	18.7	35.8	2.49	20.9	31.5	2.39	21.0	33.5
15	2.01	25.1	36.1	3.13	23.3	32.2	2.73	24.4	34.2
16	1.90	24.8	35.5	3.21	21.8	32.4	2.89	21.6	33.2
17	2.10	24.4	36.0	3.40	23.0	33.0	2.85	21.1	34.4
18	2.15	22.4	36.3	3.38	22.5	32.6	2.92	22.5	34.3
19	2.12	21.9	35.8	3.20	22.5	32.5	2.71	32.2	34.0
20	2.47	27.6	34.8	4.15	25.5	31.1	3.54	26.1	32.7
21	2.21	21.3	36.1	3.61	22.0	21.9	2.46	23.0	33.6
22	1.72	21.6	36.4	2.78	23.4	32.9	3.88	21.1	34.5

Graficky jsou tyto výsledky znázorněny na obr. 1



Obsah síry ve vzorcích názorněji ukazuje obr. 2, kde jsou vzorky uspořádány ne podle časového sledu, ale podle obsahu.



Na první pohled jsou hodnoty obsahů síry ve vzorcích A a B značně odchylné. Principem metody však není shodnost vzorků z RODOS s klasickými vzorky, ale pevný vztah mezi nimi.

Z toho důvodu byly vypočítány vztahy, vyjádřené lineárními rovnicemi

$$S_A = m_1 * S_B + b_1$$

$$S_A = m_2 * S_C + b_2$$

kde S_A je vypočtený obsah síry ve vzorku A (v ideálním případě shodný s naměřeným obsahem), S_B a S_C jsou obsahy síry, naměřené ve vzorcích B a C, m_1 , m_2 , b_1 , b_2 jsou koeficienty regresních rovnic.

Metodou nejmenších čtverců byly vypočteny hodnoty koeficientů a směrodatné odchylky. Pro přepočet hodnot B na A platí hodnoty koeficientů $m_1 = 0.293$, $b_1 = 1.079$, pro přepočet hodnot C na A $m_2 = 0.41$, $b_2 = 0.84$ a rovnice

$$S_A = 0.293 * S_B + 1.079$$

$$S_A = 0.410 * S_C + 0.838$$

Přepočtené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 2.

Hodnoty S_{AA} jsou obsahy síry naměřené ve vzorcích A.

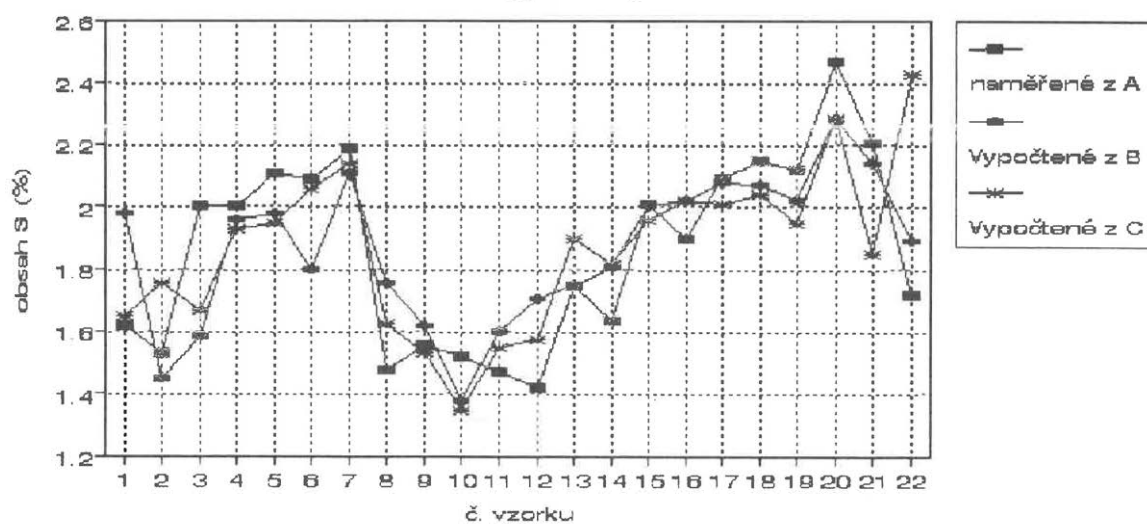
Hodnoty S_{AB} jsou obsahy síry ve vzorcích A, vypočtené ze vzorků B.

Hodnoty S_{AC} jsou obsahy síry ve vzorcích A, vypočtené ze vzorků C.

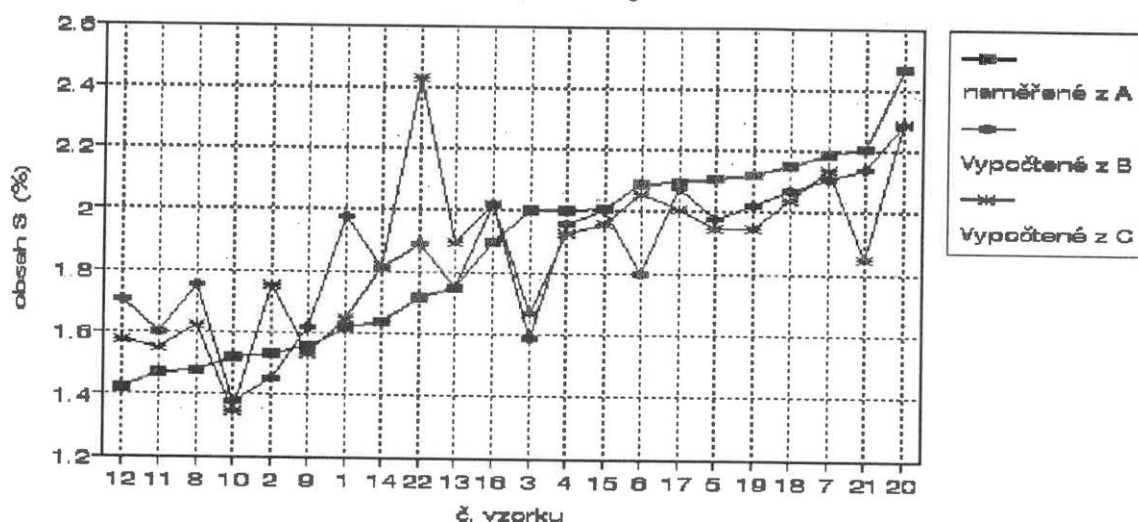
č.vz.	S_{AA} (%)	S_{AB} (%)	rozdíl	S_{AC} (%)	rozdíl
1	1.62	1.98	+ 0.36	1.65	+ 0.03
2	1.53	1.45	- 0.08	1.76	+ 0.23
3	2.00	1.59	- 0.41	1.67	- 0.33
4	2.00	1.96	- 0.04	1.93	- 0.07
5	2.11	1.98	- 0.13	1.95	- 0.16
6	2.09	1.80	- 0.29	2.06	- 0.03
7	2.19	2.11	- 0.08	2.14	- 0.05
8	1.48	1.76	+ 0.28	1.63	+ 0.15
9	1.56	1.62	+ 0.06	1.53	- 0.03
10	1.52	1.38	- 0.14	1.35	- 0.17
11	1.47	1.60	+ 0.13	1.55	+ 0.08
12	1.42	1.71	+ 0.29	1.58	+ 0.16
13	1.75	1.75	0.00	1.90	+ 0.15
14	1.64	1.81	+ 0.17	1.82	+ 0.18
15	2.01	2.00	- 0.01	1.96	- 0.05
16	1.90	2.02	+ 0.12	2.02	+ 2.02
17	2.10	2.08	- 0.08	2.01	- 0.09
18	2.15	2.07	- 0.08	2.04	- 0.11
19	2.12	2.02	- 0.10	1.95	- 0.17
20	2.47	2.29	- 0.18	2.29	- 0.18
21	2.21	2.14	- 0.07	1.85	- 0.36
22	1.72	1.89	+ 0.17	2.43	+ 0.71

Graficky jsou takto vypočtené hodnoty znázorněny na obr. 3 a 4.

Porovnání naměřených obsahů síry s vypočtenými



Porovnání naměřených obsahů síry s vypočtenými



Rozdíly mezi naměřenými a takto přepočítanými hodnotami jsou podstatně nižší a směrodatná odchylka činí 0.19 % při přepočtu B na A a 0.16 % při přepočtu C na A.

Podobným způsobem byly vyhodnoceny i výsledky rentgenfluorescenčních měření vzorků B. Byly použity dva způsoby vyhodnocení. U prvního způsobu byl analyzátor normálně zkalibrován a naměřené hodnoty vzorků B pak regresí přepočteny, u druhého byl analyzátor kalibrován přímo na hodnoty vzorků A.

U první metody byla zjištěna směrodatná odchylka 0.11 %, u druhé 0.08 %. Výsledek je poněkud překvapující, protože takto získané hodnoty jsou znatelně lepší než při klasické analýze vzorků.

Pracovníci APC tento jev vysvětlují tím, že vlivy, způsobující chyby při vzorkování, způsobují chyby opačného znaménka při RF měření, které se pak částečně kompensují.

Měření obsahu popela

Stejným způsobem jako měření obsahu síry bylo hodnoceno i měření obsahu popela. Byly získány rovnice:

$$A_A = 1.239 \cdot A_B - 6.840$$

$$A_A = 1.180 \cdot A_C - 4.389$$

kde A_A je obsah popela ve vzorku A

A_B je obsah popela ve vzorku B

A_C je obsah popela ve vzorku C

Směrodatné odchylky vypočtených hodnot obsahů popela vůči naměřeným byly 2.07 % při výpočtu z hodnot B a 1.78 % při výpočtu z hodnot C.

Zhodnocení systému RODOS.

Z vyhodnocení ověřovacích měření systému RODOS byly přijaty následující závěry:

- 1) Vzorky prachu, odebrané zařízením RODOS mají složení dosti odlišné od složení měřeného uhlí, mezi nimi však je těsný korelační vztah, který lze vyjádřit lineární rovnicí.
- 2) Směrodatná odchylka obsahů síry, vypočtených ze vzorků RODOS od klasicky odebraných a chemicky analyzovaných, je 0.19 %, směrodatná odchylka obsahů popela je 2.07 %.
- 3) Směrodatná odchylka obsahů síry ze vzorků RODOS, analyzovaných RTG fluorescencí od klasicky odebraných a analyzovaných je 0.11 %.

Je tedy možno konstatovat, že systém RODOS se osvědčil pro vzorkování uhlí i pro jeho RTG fluorescenční analýzu.

Analyzátor PAR 214.1.

Na základě dobrých výsledků RTG fluorescenční analýzy přístrojem OUTOKUMPU, který je součástí systému RODOS, bylo rozhodnuto vyzkoušet měření přístrojem PAR 214.1 československé výroby.

Celkem 12 vzorků, analyzovaných v laboratoři DNT bylo změřeno na přístroji PAR 214.1 v laboratoři DLM.

Výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 3

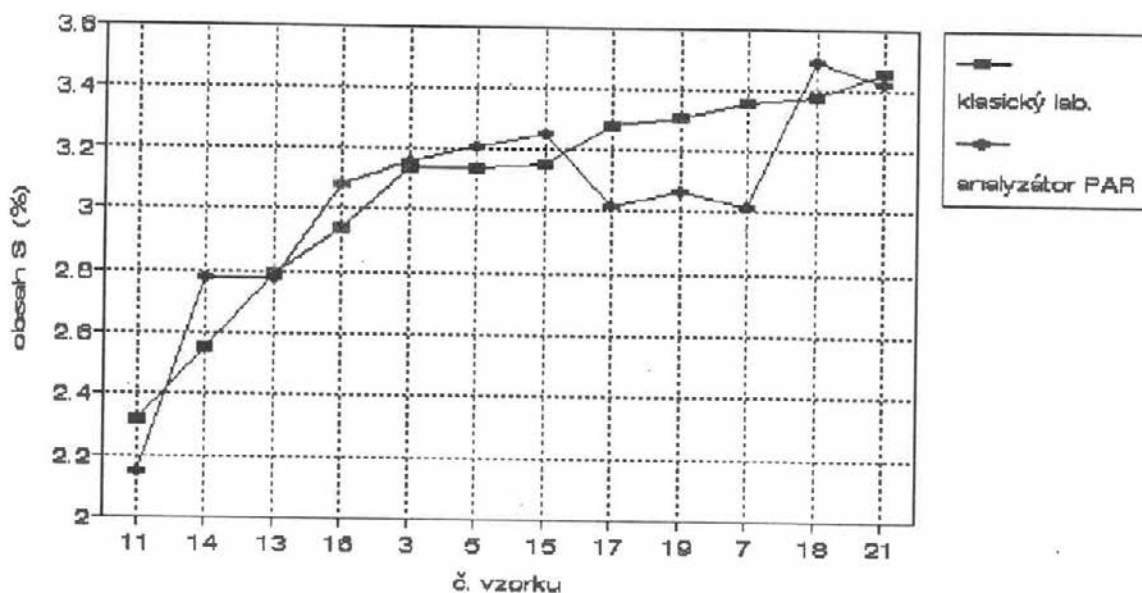
č. vz.	S _{DNT} (%)	S _{PAR} (%)	rozdíl
3	3.14	3.16	+ 0.02
5	3.14	3.21	+ 0.07
7	3.36	3.02	- 0.34
11	2.32	2.15	- 0.17
13	2.79	2.78	- 0.01
14	2.55	2.78	+ 0.23
15	3.15	3.25	+ 0.10
16	2.94	3.08	+ 0.14
17	3.28	3.02	- 0.26
18	3.38	3.49	+ 0.11
19	3.31	3.07	- 0.24
21	3.46	3.42	- 0.04

Směrodatná odchylka takto získaných hodnot je 0.19 %.

Je tedy zřejmé, že i analyzátor PAR dává uspokojivé výsledky přesto, že šlo o poměrně malý soubor a přístroj nebylo možno cejchovat speciálně pro uhlí z DNT.

Graficky jsou tyto výsledky znázorněny na obr.5

Porovnání výsledků analyzátoru PAR s výsledky klasických labor. rozborů



Tento přístroj je tedy vhodný pro stanovení síry v uhlí z DNT, navíc výrobce avizoval v příštím roce novou verzi, umožňující i stanovení arsenu.

Závěr

Systém RODOS je vhodný pro rychlé získání vzorků a jejich analýsu.

Složení vzorků je v dobré korelaci se složením uhlí, jeho absolutní hodnota je však od složení uhlí dosti odlišná. Výsledky měření jsou tedy uspokojivé, ale dokumentační hodnota získaných vzorků je problematická.

V případě použití systému RODOS pro odběr vzorků k analýze by byl zřejmě nutný paralelní klasický odběr vzorků pro dokumentaci.

Rentgenfluorescenční analýza jak přístrojem OUTOKUMPU, tak PAR 214.1, dává dobré výsledky.

Cena systému RODOS je 1.3 milionu marek, u nového typu, schopného měřit i obsah arsenu je cena 1.55 milionu marek. Cena analyzátoru PAR 214.1 je 345 tisíc Kčs, cena nové verze, schopné měřit i obsah arsenu, nebyla dosud stanovena.

Zakoupení systému RODOS by bylo dobrým a poměrně komplexním řešením rychlého zjišťování složení nakládaného uhlí, pro dokumentaci a případné řešení sporů by však bylo nutno dále odebírat vzorky klasickým postupem. Pro jeho vysokou cenu (24 - 29 mil. Kčs) však nelze prozatím koupi realizovat. Z toho důvodu bylo rozhodnuto:

- 1) Doplnit stávající vzorkovací stanici na NZ 1 mlýněm, umožňujícím snížit zrna vzorků až pod 0.2 mm (dodávka firmy FRITSCH z SRN) a pro analýzy použít analyzátor PAR-214.1.

- 2) Totéž řešení použít i na NZ 2, zde však nasadit novou verzi analyzátoru PAR, schopnou měřit i obsah arsenu.

Literatura

- /1/ Štýs S, Formánek Z. - cestovní zpráva z cesty do revíru Rheinbraun - 6, 1990
- /2/ Zákon 309 o ochraně ovzduší
- /3/ Zákon 389 o státní správě ochrany ovzduší
- /4/ Text připravované vyhlášky o požadavcích na kvalitu, způsob dodávek a prodej paliv
- /5/ Firemní materiály firmy APC (výrobce RODOS)
- /6/ Protokol o jednání mezi pracovníky ICC, APC, DNT a VÚHU dne 10. 12. 1991
- /7/ Formánek Z. - Návrh dalšího postupu v zajišťování síroměrů pro potřeby DNT I - zpráva VÚHU, 4/92
- /8/ Formánek Z. - Návrh dalšího postupu v zajišťování síroměrů pro potřeby DNT II - zpráva VÚHU, 143/92
- /9/ Brauer S., König R. - Zpráva o provedení provozní zkoušky vhodnosti použití vzorkovacího systému APC - 8, 1992