



VAASAN AMMATTIKORKEAKOULU
VASA YRKESHÖGSKOLA
UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCES

Jari-Jussi Syrjä
1200715

JÄTEHUOLLON ERIKOISTYÖ

Typpioksiduulin mittaus GASMET-monikaasuanalysaattorilla

Tekniikka ja Liikenne
2013

1. Johdanto

Erikoistyön tavoitteena selvittää Vaasan ammattikorkeakoulun Gasmel-analysaattorin soveltuvuutta typpioksiduulin, N_2O , määrittämiseen laboratoriomittakaavan jätevedenpuhdistamosta. Typpioksiduuli on merkittävä kasvihuonekaasu, jota muodostuu jätevedenpuhdistamolla mikäli olosuhteet eivät ole optimaaliset nitrifikaatiolle ja denitrifikaatiolle. Erikoistyön ulkopuolelle jätettiin tulosten verifiointi ja tarkempi kvantitatiivinen analysointi sekä analysaattorin käyttämän Calcmet-ohjelman toimintaperiaatteen tarkempi selvitys / raportointi. Liitteissä 2 ja 3 on kuitenkin esitetty muutamia käytön kannalta oleellisia huomioita Calcmet-ohjelmistosta ja sen käyttöasetuksista.

Gasmel DX 4000 on kenttämittauksiin kehitetty monikaasuanalyysaattori (Kuva 1), jolla on mahdollista mitata kaasupitoisuuksia myös kosteista kaasuista tietyin lisävarustein. Optinen analyysi tapahtuu infrapuna-alueella, ja spektrin tulkinnassa käytetään Fourier-muunnosta (FTIR - Fourier transform infrared spectroscopy). Määritettyä spektriä verrataan tietokoneen spektrikirjastoon ja mittaustulos analysoidaan kirjaston avulla. Mittaus voidaan suorittaa joko 50 tai 180 °C:een lämpötilassa riippuen mitattavan kaasun ominaisuuksista. Tässä työssä varsinaiset mittaukset suoritettiin 180 °C:ssa kostean kaasumatriisin vuoksi. Tällä estetään kaasun sisältämän veden kertyminen (kondensoituminen) analysaattorin herkkiin komponentteihin.



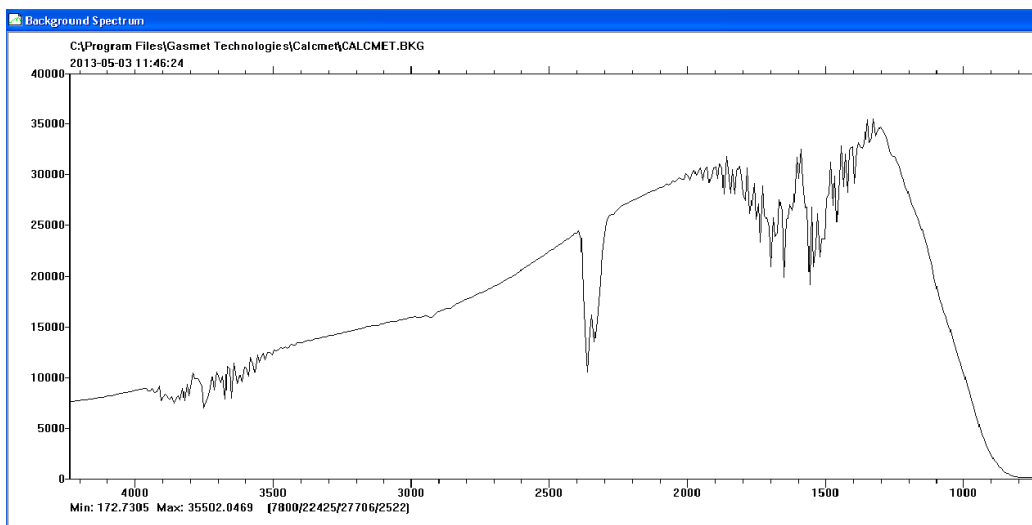
Kuva 1. Gasmel-monikaasuanalyysaattori.

2. Alustavat toimenpiteet

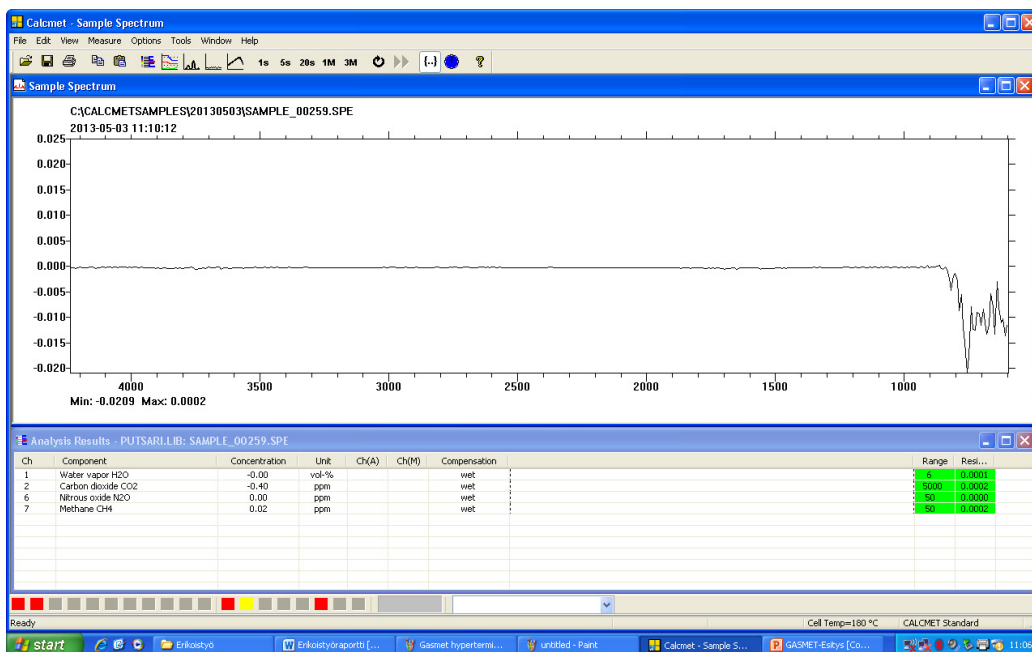
2.1 Ylösajo

Laitteen vaatimat ylösajotoimenpiteet suoritettiin 18.-19.3.2013. Kaasuanalyysaattoria oli käytetty edellisen kerran vuonna 2009, mikä lisäsi alustavia toimenpiteitä. Lisäksi ohjelmisto (Calcmet) varoitti liian pitkstä huoltovälistä ja puuttuvasta määräaikauskalibroinnista. Mittalaite komponentteineen huuhdottiin 0-kaasuna käytetyllä typpikaasulla. Laitteen toiminta varmistettiin useilla rinnakkaisilla taustamittauksilla (Kuva 2) sekä 0-kaasumittauksin (Kuva 3). Toimenpi-

teistä huolimatta taustaspektrin intensiteetti jäi noin 30 % tavoitearvoa matalammaksi. Ylösajoa ja referenssikaasun mittausta varten analysaattorin kenno lämmitettiin 50 °C:een lämpötilaan.



Kuva 2. Tyypillinen taustaspektri.



Kuva 3. Taustamittauksen varmistus O-kaasumittauksin.

2.2 Mittaukset referenssikaasusta - typpellä / synteettisellä ilmalla laimennettu N₂O

Referenssikaasuna käytettiin Aalto Yliopiston kemianteeniikan osastolta saatua analyysilaatuista typpioksiduulia. Referenssikaasu valmistettiin injektoiden kvantitatiivinen määrä typpioksiduulia

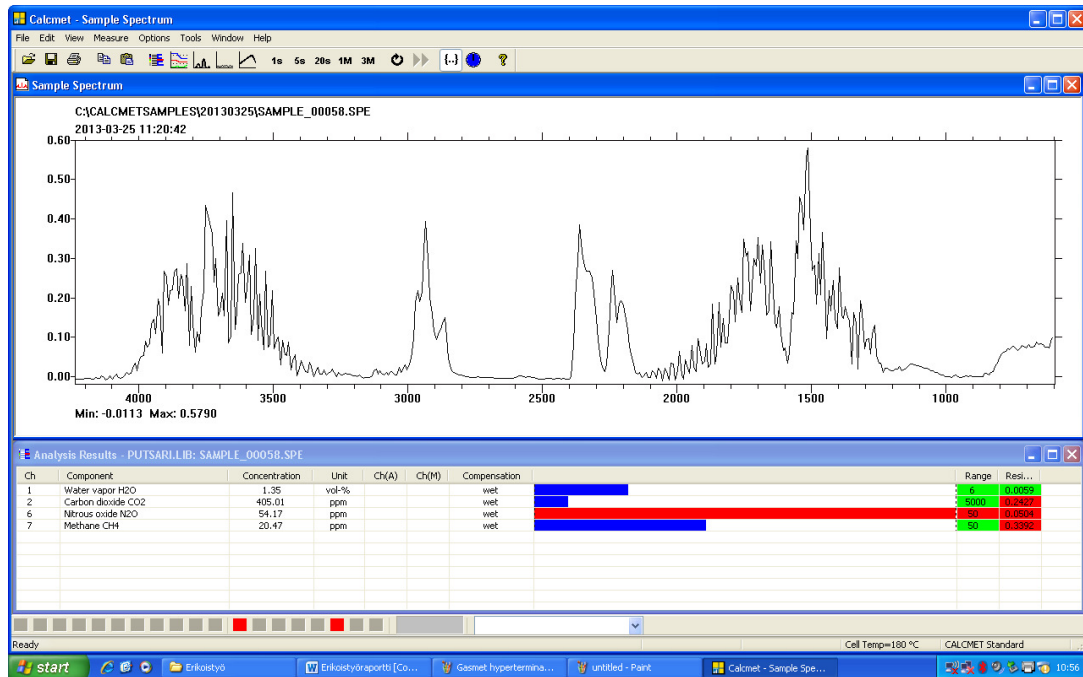
käytettyyn matriisiin, aluksi O-kaasuna käytettyyn typpikaasuun. Laimennettu N₂O-N₂-seos analysoitiin onnistuneesti 22.3.2013. Tämän jälkeen kaasumatriisina käytettiin synteettistä ilmaa. Injektoiden tehtyjen kaasuseosten pitoisuudet vastasivat analysaattorin antamia pitoisuuksia noin 20 %:n tarkkuudella. Analysaattorin antamia mittaustuloksia on esitetty liitteessä 1.

3. N₂O- mittaukset Vaasan ammattikorkeakoulun pienestä jätevedenpuhdistamosta
Kaasujen esilämmitysyksiköt (Kuva 4, varsinainen esilämmitysyksikkö) liitettiin analysaattoriin 25.3.2013. Esilämmittimien ja analysaattorin lämpötila nostettiin 180°C:een lämpötilaan veden kondensoitumisen estämiseksi varsinaiseen mittalaitteeseen.



Kuva 4. Kaasujen esilämmitysyksikkö.

Tutkittava kaasunäyte pumpattiin hieman puhdistamon vesipinnan yläpuolelta käyttäen halkaisijaltaan sopivaa muovisuppiloa. Kaasu johdettiin edelleen esilämmitysyksikköön teflonputkea ja täältä edelleen analysaattoriin lämpöeristettyä teflon-linjaa pitkin. Käytetyt mittausajat olivat 20 sekuntia ja 1 minuutti. Käytännössä 20 sekuntia 2 l/min pumppausajalla riitti kohtuullisen toistettavien tulosten saamiseksi. Laitteiston Calcmel-ohjelma tulkitse saadun spektrin ja laskee tulokset ohjelman sisäistä kirjastoa vastaan. Työssä jätevedenpuhdistamolta saadut typpioksiduulipitoisuudet vaihtelivat 2 – 100 ppm:n välillä. Ohjelma laskee lisäksi kaasun hiilidioksidi (CO₂), vesi- ja metaanipitoisuudet (CH₄), mutta näitä ei ole sisällytetty raporttiin (tulokset ovat luettavissa mittalaitteelta). Osassa mittauksia käytettiin aluksi väärää kirjastoa, ja saadut spektrit jouduttiin analysoimaan / laskemaan myöhemmin uudelleen. Tästä johtuen liitteessä 1 on esitetty ainoastaan päivittäiset minimi- ja maksimipitoisuudet typpioksiduulille. Kuvassa 5 on esitetty jätevedenpuhdistamolta saatu spektri mittaustuloksineen.



Kuva 5. Tyypillinen mittauspektri ammattikorkeakoulun jätevedenpuhdistamolta.

Mittaukset suoritettiin 25.-26.3., 2.4. sekä 2.-3.5.2013. Laitteiston toimintaperiaate ja mittausjärjestelyt esitettiin englanniksi 3.5.2013 Vaasan ammattikorkeakoulun, Novian sekä Technobotnian henkilökunnalle. Lisäksi laboratorion henkilökuntaa perehdytettiin myöhemmin käyttämään suunniteltua koejärjestelyä.

4. Johtopäätökset

Laitteiston toimivuus ja soveltuvuus typpioksiduulin mittaamiseen osoitettiin sekä 50 että 180°C:een lämpötilassa erilaisista kaasumatriiseista. Ammattikorkeakoulun pieneltä jätevedenpuhdistamolta saadut N₂O-pitoisuudet vastaavat kirjallisuudessa esitettyjä tuloksia. Mittalaite on tehty helppokäyttöiseksi ja kompaktiksi, mikä edesauttaa sen käytettävyyttä myöhemmin niin tutkimus- kuin opetuskäytössäkin. Tulosten luotettavuutta ei tässä arvioida työn laajuuden vuoksi. Analysointia on ehdotettu käytettäväksi myöhemmin mahdollisissa vastaavissa jatkotutkimuksissa.

LIITE 1

Mittaustuloksia

Taulukko 1. Referenssikaasun (ilmamatriisi) typpioksiduulin (N₂O) minimi- ja maksimipitoisuus lämpötilassa 50 °C.

pvm	N / kpl	min / ppm	max / ppm	ka. / ppm
22.3.2013	9	26	35	30

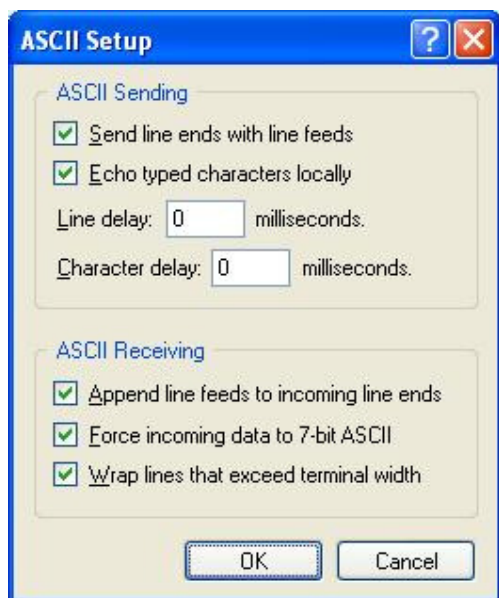
Taulukko 2. Ammattikorkeakoulun jätevedenpuhdistamolta saadut typpioksiduulin minimi- ja maksimipitoisuudet lämpötilassa 180 °C.

pvm	N / kpl	min / ppm	max / ppm
25.3.2013	12	68	104
26.3.2013	29	3,4	11
2.4.2013	52	3,6	7,7
2.5.2013	64	1,8	4,4
3.5.2013	21	2,2	4,6

LIITE 2.

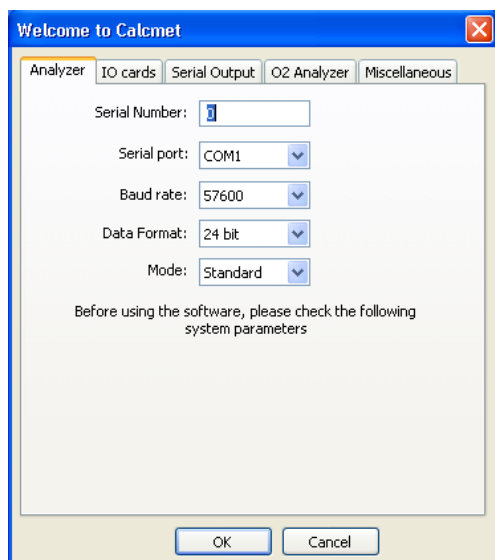
Ohjelmistoasetukset

Lämpötilan sekä muiden mahdollisten parametrien muuttaminen suoritetaan Windows-käyttöjärjestelmän HyperTerminal-ohjelman avulla. Kuvassa 6 on esitetty ohjelman käyttöasetukset ennen varsinaisia parametrien komentotoimintoja.



Kuva 6. HyperTerminal-ohjelmassa vaaditut asetukset.

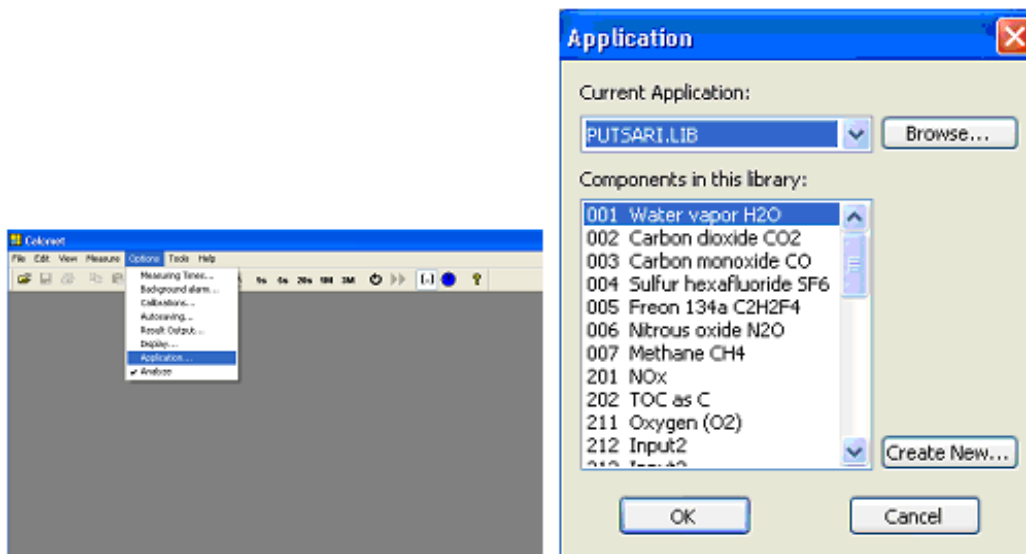
Kuvassa 7 on esitetty Calcmet-ohjelman aloitusparametrit.



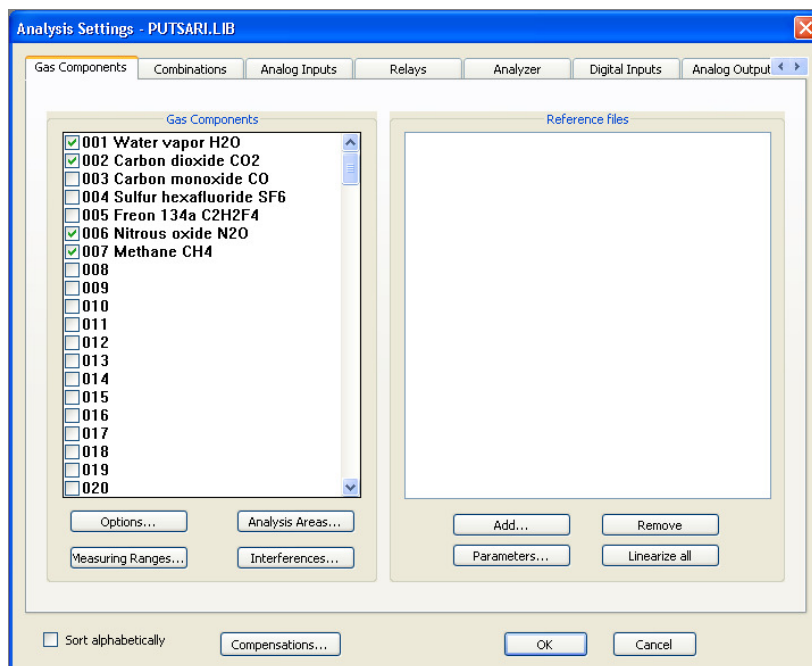
Kuva 7. Calcmet-ohjelman alkuasetukset.

LIITE 3.

Yleisiä ohjelmisto-
ominaisuuksia



Kuva 8. Menetelmäkirjaston luominen ja avaaminen Calcmet-ohjelmassa.



Kuva 9. Komponenttien valinta mitattavaan menetelmään.