NORMY PRO CHARAKTERIZACI ODPADŮ

Ing. Lenka Fremrová

Sweco Hydroprojekt a.s.

Evropské normy pro charakterizaci odpadů

Tvorbou norem pro charakterizaci odpadů se zabývají dvě technické komise Evropského výboru pro normalizaci (CEN):

CEN/TC 292 Charakterizace odpadů

CEN/TC 400 Projektová komise - Horizontální normy v oblasti kalů, bioodpadu a půd

Tvorbou norem pro charakterizaci kalů se zabývá technická komise **CEN/TC 308 Charakterizace kalů.**

Česká republika je řádným členem CEN. Členové CEN jsou povinni převzít všechny evropské normy do svých národních normalizačních soustav do šesti měsíců po jejich vydání. Některé další dokumenty, např. technické specifikace CEN/TS, nemusí být na národní úrovni převzaty jako normativní dokument; obvykle se přejímají jako předběžná česká technická norma (označení ČSN P).

Normy zavedené jako ČSN v letech 2014 a 2015

ČSN EN 16457 Charakterizace odpadů – Zásady pro přípravu a aplikaci programu zkoušení – Cíle, plánování a zpráva

ČSN EN 16424 Charakterizace odpadů – Screeningové metody pro elementární analýzy přenosnými XRF přístroji

ČSN P CEN/TS 16023 Charakterizace odpadů – Stanovení spalného tepla a výpočet výhřevnosti

ČSN EN 16377 Charakterizace odpadů – Stanovení bromovaných zpomalovačů hoření (BFR) v pevných odpadech

ČSN EN 14997 Charakterizace odpadů – Zkouška vyluhovatelnosti – Vliv pH na vyluhování s kontinuálním řízením pH

ČSN EN 14429 Charakterizace odpadů – Zkouška vyluhovatelnosti – Vliv pH na vyluhování s počátečním přídavkem kyseliny/zásady

Normy zavedené jako ČSN v letech 2014 a 2015

ČSN P CEN/TS 13714 Charakterizace kalů – Nakládání s kaly ve vztahu k jejich využití nebo odstraňování

ČSN P CEN/TS 16181 Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) plynovou chromatografií (GC) a vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

ČSN P CEN/TS 16171 Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení prvků hmotnostní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS)

ČSN EN 16457 Charakterizace odpadů – Zásady pro přípravu a aplikaci programu zkoušení – Cíle, plánování a zpráva

SWECO

Aspekty plánování a předkládání zpráv, uvedené v této normě, jsou použitelné pro všechny programy zkoušení odpadů, určené pro stanovení jednoho nebo několika ukazatelů. Jsou použitelné pro všechny kroky zkoušení, od vzorkování až po předkládání zpráv, ať už se tyto kroky provádějí v terénu (např. vzorkování) nebo v laboratoři (např. analýza-kvantifikace).

Každá zkouška se obvykle skládá ze sedmi kroků:

1) Plán zkoušení (plán vzorkování a laboratorní plán);
2) Odběr terénního vzorku a příprava laboratorního vzorku;
3) Balení, doprava a uchovávání (z terénu do laboratoře);
4) Příprava zkušebního vzorku a zkušebního podílu;
5) Vyluhování, extrakce;
6) Analýza, kvantifikace;
7) Souhrnná zpráva o zkoušení.

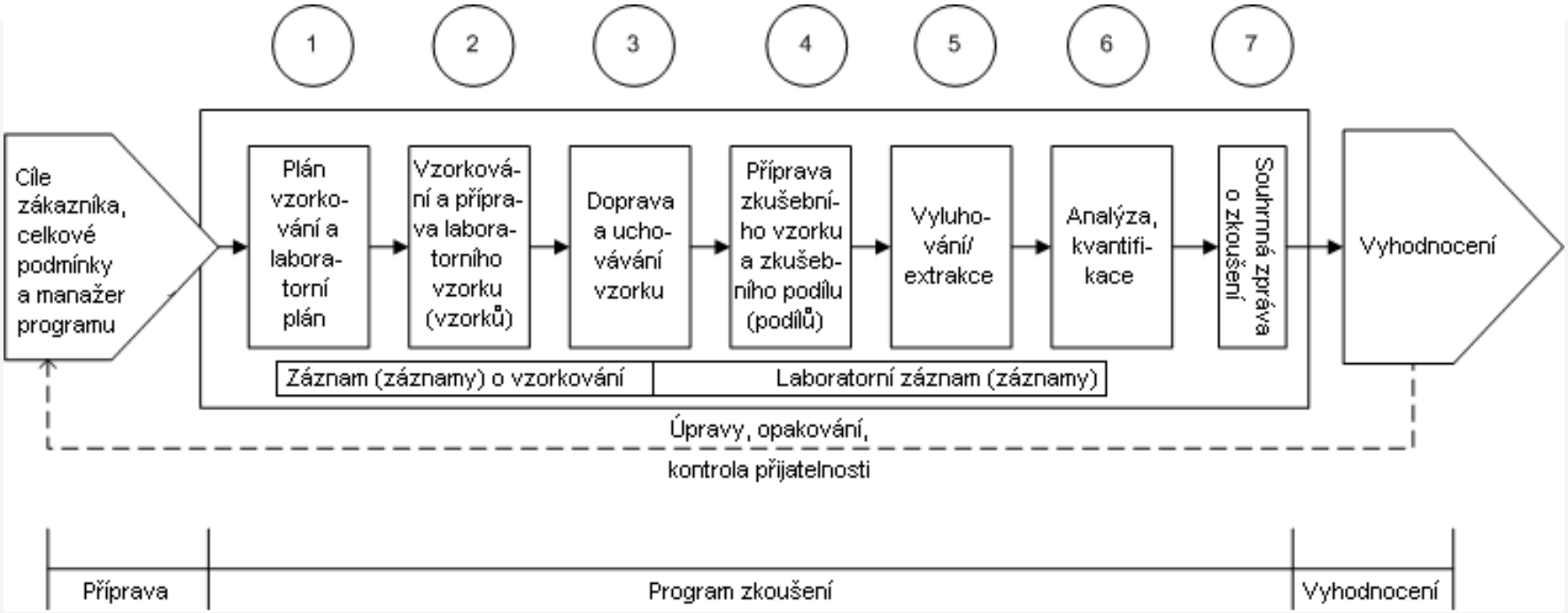
Kroky 2 a 3 se provádějí v terénu, zatímco kroky 3, 4, 5 a 6 se provádějí v laboratoři.

ČSN EN 16457 Charakterizace odpadů – Zásady pro přípravu a aplikaci programu zkoušení – Cíle, plánování a zpráva

Před navržením a provedením programu zkoušení odpadu zákazník jmenuje manažera programu. Zákazník specifikuje cíle programu zkoušení. Činnosti od kroku 2 až po krok 6 se zaznamenávají.

Záznamy jsou písemné nebo elektronické soubory, do kterých se během vzorkování a zkoušení zaznamenávají pozorování, například název, místo, použité metody, výsledky zkoušek, čas, místo a přístroje používané ke zkoušení a další relevantní informace a údaje.

V kroku 7 má manažer programu odpovědnost za porovnání dosažených výsledků s cíli.



Přehled programu zkoušení odpadu

ČSN EN 16424 Charakterizace odpadů – Screeningové metody pro elementární analýzy přenosnými XRF přístroji

Norma popisuje terénní přenosné rentgenové fluorescenční (XRF) přístroje (ruční přístroje nebo přenosné stolní přístroje) a specifikuje screeningovou metodu pro stanovení elementárního složení odpadů pro ověření na místě.

Přenosné XRF spektrometry se používají pro rychlou a předběžnou analýzu pastovitých nebo pevných materiálů. Nepřítomnost nebo přítomnost určitých prvků je udána kvalitativně s indikací koncentrační úrovně.

Vzorek může být analyzován přímo nebo po přípravě. Pro analýzu vzorku se používají v dvě metody:

- buď se přístroj podobný pistoli položí přímo na vzorek,
- nebo se odebere dostatečně velký zkušební podíl a vloží se do misky na vzorek, kde se změří přístrojem XRF.

Přítomnost určitého prvku je ověřena, pokud je pro tento prvek změřena významná intenzita. Je možné hodnotit intenzity čar, aby byl zjištěn koncentrační rozsah

Přímé měření vzorku ručním přístrojem

ČSN P CEN/TS 16023 Charakterizace odpadů – Stanovení spalného tepla a výpočet výhřevnosti

Technická specifikace popisuje **zjednodušenou metodu stanovení spalného tepla odpadu** při konstantním objemu a referenční teplotě 25 °C v bombovém kalorimetru, kalibrovaném spalováním certifikované kyseliny benzoové.

Nezahrnuje termochemické korekce, popisuje také zjednodušený výpočet výhřevnosti ze spalného tepla. Používá se pro hodnocení toho, zda jsou odpady vhodné pro úpravu tepelnými procesy a zda je možné jejich energetické využití.

Stanovení spalného tepla: Zvážený podíl vzorku odpadu je spálen za vysokého tlaku v kyslíku v bombovém kalorimetru za specifikovaných podmínek. Efektivní tepelná kapacita kalorimetru se stanoví spalováním certifikované kyseliny benzoové za podobných podmínek, uvedených v certifikátu. Korigovaný teplotní rozdíl se určí z měření teploty před spalovací reakcí, během ní a po ní. Doba trvání a četnost měření teploty závisí na typu použitého kalorimetru.

Spalné teplo se vypočítá z korigovaného teplotního rozdílu a z efektivní tepelné kapacity kalorimetru, bez korekcí na příspěvky ze zapalovací energie, spálení roznětky a tepelné účinky vedlejších reakcí, jako je tvorba kyseliny dusičné.

ČSN P CEN/TS 16023 Charakterizace odpadů – Stanovení spalného tepla a výpočet výhřevnosti

Výpočet výhřevnosti: Výhřevnost odpadu za konstantního tlaku se vypočítá ze spalného tepla za konstantního objemu s použitím typických hodnot pro obsah vodíku. Výpočet se provádí bez korekcí na obsah kyslíku a dusíku ve vzorku.

ČSN EN 16377 Charakterizace odpadů – Stanovení bromovaných zpomalovačů hoření (BFR) v pevných odpadech

SWECO

Norma specifikuje metodu pro stanovení vybraných BFR, chemicky označovaných jako polybromované difenylethery (BDE), v odpadech s použitím plynové chromatografie/hmotnostní spektrometrie (GC-MS) s ionizací nárazem elektronů (EI).

Metoda je použitelná pro vzorky obsahující 100 g/kg až 5 000 g/kg kongenerů tetra- až oktabromdifenyletheru a 100 g/kg až 10 000 g/kg dekabromdifenyletheru. Je možné analyzovat také další bromované zpomalovače hoření, pokud je metoda pro tyto případy validována.

BFR jsou extrahovány z vysušeného vzorku organickým rozpouštědlem. V případě vysokého obsahu plastů v odpadu je potřebné kryogenní mletí, aby byla možná úplná extrakce analytů. Vhodnými postupy jsou Soxhletova extrakce, sonikace nebo tlaková extrakce kapalinou.

Extrakty se zkoncentrují a čistí se sloupcovou chromatografií a gelovou permeační chromatografií (GPC). Po zkoncentrování a čištění se bromované difenylethery separují kapilární plynovou chromatografií a jsou detekovány hmotnostní spektrometrií v modu monitoringu vybraného iontu s ionizací nárazem elektronů (EI). Pro stanovení koncentrace bromovaných difenyletherů ve vzorku se používá metoda vnitřního standardu.

ČSN EN 14997 Charakterizace odpadů – Zkouška vyluhovatelnosti – Vliv pH na vyluhování s kontinuálním řízením pH

Norma specifikuje metodu stanovení vlivu pH na vyluhovatelnost anorganických složek z odpadů. Podmínek rovnováhy je dosaženo kontinuální úpravou pH přídavkem kyseliny nebo zásady, aby bylo dosaženo požadovaných hodnot pH.

Při této metodě zkoušení vznikají výluhy, které jsou analyzovány fyzikálními a chemickými metodami.

Samostatné zkušební podíly jsou vyluhovány při určeném poměru kapalné fáze a pevné fáze (*L*/*S*) vyluhovacími kapalinami a přitom je pH nastaveno na předem zvolené hodnoty a udržováno na těchto hodnotách (titrační postup se stálou hodnotou pH).

Je potřeba alespoň 8 konečných hodnot pH, které pokrývají minimálně rozmezí od pH 2 do pH 12. Množství kyseliny nebo zásady potřebná pro pokrytí tohoto rozmezí pH je možné odvodit z výsledků předběžné titrace, z dostupných experimentálních dat o zkoušeném materiálu nebo z dělení předem stanovené maximální spotřeby kyseliny a zásady.

ČSN EN 14997 Charakterizace odpadů – Zkouška vyluhovatelnosti – Vliv pH na vyluhování s kontinuálním řízením pH

Zkoušky se provádějí během určené doby kontaktu, na jejímž konci lze předpokládat dosažení rovnováhy pro většinu složek v odpadech, které mají být charakterizovány. Přibližování rovnováze, jak je definována v této normě, se ověří na konci postupu vyluhování.

Výsledky se vyjadřují v mg/l složek pro každou konečnou hodnotu pH. Pro každou konečnou hodnotu pH se také vyjadřuje množství kyseliny, která je přidána, a množství zásady, která je přidána. Stanoví se také kyselinová nebo zásadová neutralizační kapacita (ANC, BNC) odpadu.

ČSN EN 14429 Charakterizace odpadů – Zkouška vyluhovatelnosti – Vliv pH na vyluhování s počátečním přídavkem kyseliny/zásady

Norma specifikuje metodu stanovení vlivu pH na vyluhovatelnost anorganických složek z odpadů. Podmínek rovnováhy, definovaných v normě, je dosaženo přídavkem předem zvolených množství kyseliny nebo zásady, aby bylo dosaženo požadovaných konečných hodnot pH.

Při této metodě zkoušení vznikají výluhy, které jsou analyzovány fyzikálními a chemickými metodami.

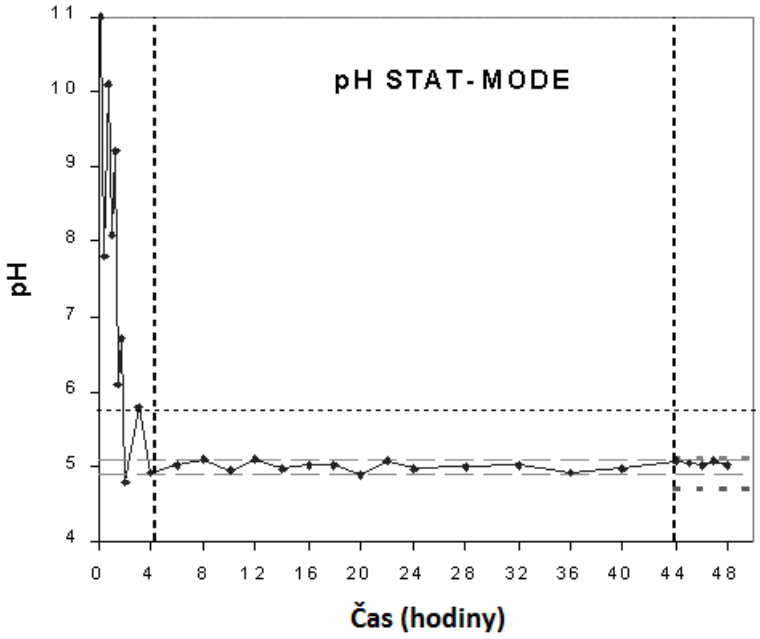
Samostatné zkušební podíly jsou vyluhovány při určeném poměru kapalné fáze a pevné fáze (*L*/*S*) vyluhovací kapalinou, která obsahuje předem zvolená množství kyseliny nebo zásady, aby bylo na konci doby vyluhování dosaženo stálých hodnot pH. Každá vyluhovací kapalina se přidává ve třech krocích na začátku zkoušky.

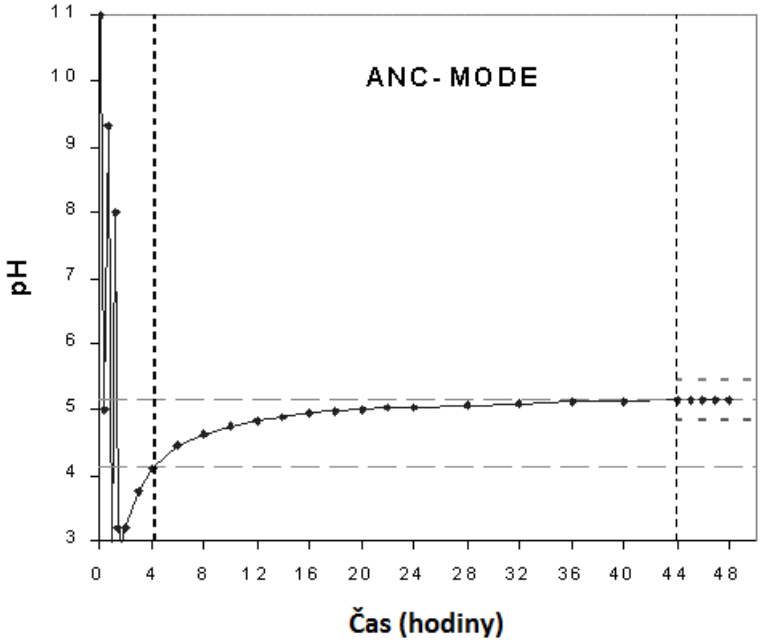
Je potřeba alespoň 8 konečných hodnot pH, které pokrývají minimálně rozmezí od pH 2 do pH 12. Množství kyseliny nebo zásady potřebná pro pokrytí tohoto rozmezí pH je možné odvodit z výsledků předběžné titrace, z dostupných experimentálních dat o zkoušeném materiálu nebo z dělení předem stanovené maximální spotřeby kyseliny a zásady.

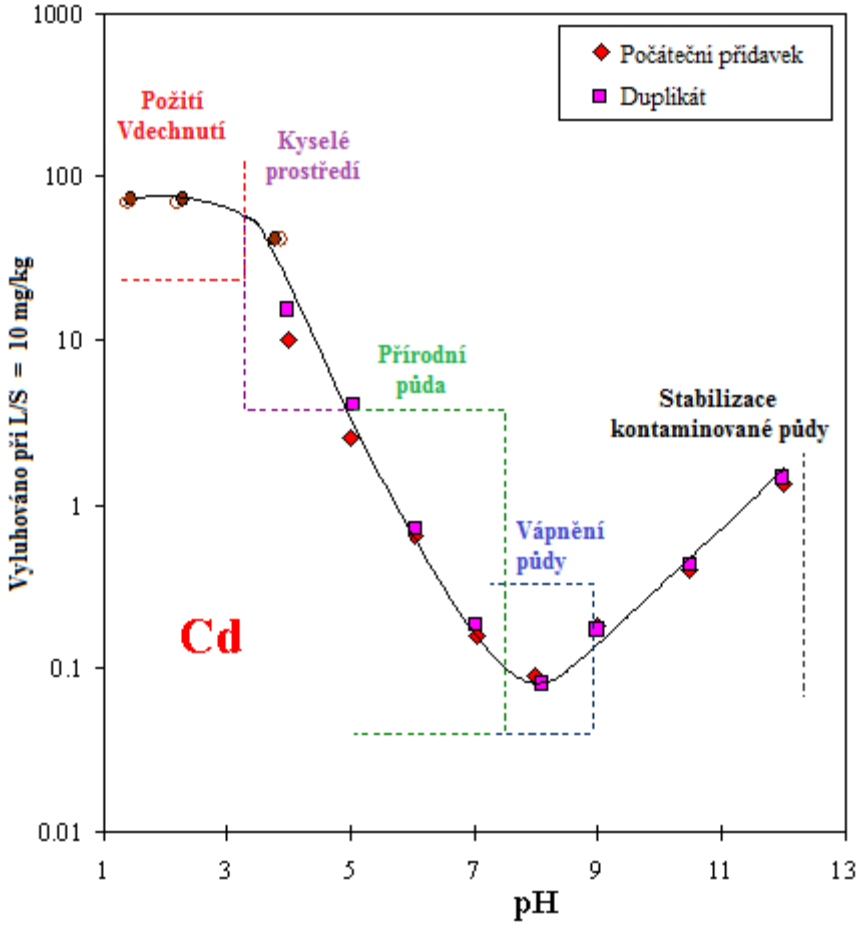
ČSN EN 14429 Charakterizace odpadů – Zkouška vyluhovatelnosti – Vliv pH na vyluhování s počátečním přídavkem kyseliny/zásady

Zkoušky se provádějí během určené doby kontaktu, na jejímž konci lze předpokládat, že bylo dosaženo rovnováhy pro většinu složek v odpadech, které mají být charakterizovány. Přibližování rovnováze, jak je definována v této normě, se ověří na konci doby vyluhování.

Výsledky se vyjadřují v mg/l složek pro každou konečnou hodnotu pH. Pro každou konečnou hodnotu pH se také vyjádří množství kyseliny, která je přidána, a množství zásady, která je přidána. Stanoví se také kyselinová nebo zásadová neutralizační kapacita (ANC, BNC) odpadu.


pH STAT-MODE
pH
Čas (hodiny)


ANC-MODE
pH
Čas (hodiny)



Znázornění vlivu pH na vyluhování půdy silně hnojené čistírenským kalem, získané v rozmezí pH 2 až 12

Zkouška byla provedena s počátečním přídavkem kyseliny/zásady a použití vzhledem k různým scénářům pro stejný materiál.

ČSN P CEN/TS 13714 Charakterizace kalů – Nakládání s kaly ve vztahu k jejich využití nebo odstraňování

Tato technická specifikace se zabývá produkcí a kontrolou kalu ve vztahu ke vstupům a úpravě kalu a uvádí strategické hodnocení možností opětovného využití, recyklace a odstraňování kalu podle jeho vlastností a možnosti odbytu.

Hierarchie nakládání s odpady podporuje:

a) **předcházení vzniku nebo snížení produkce odpadů a jejich škodlivosti**:
- vývojem a zaváděním čistých technologií, jejichž užívání je šetrnější k přírodním zdrojům;
- technickým vývojem produktů navržených tak, aby z povahy jejich výroby, použití nebo konečného odstranění nevznikal žádný nebo co nejmenší podíl, který by zvyšoval množství nebo škodlivost odpadu;
- vývojem vhodných technik pro konečné odstranění nebezpečných látek obsažených v odpadu určeném pro opětovné využití;

b) **nejlepší možné využití odpadu**:
- využití odpadu recyklací, opětovným využitím nebo jakýmkoliv jiným procesem s ohledem na získávání druhotných surovin; nebo
- využití odpadu jako zdroje energie.

Odstranění odpadu je v hierarchii uvedeno jako poslední možnost.

ČSN P CEN/TS 13714 Charakterizace kalů – Nakládání s kaly ve vztahu k jejich využití nebo odstraňování

Na kaly mohou být aplikovány čtyři stupně hierarchie:

- snížení produkce,
- recyklace,
- opětovné využití;
- odstranění - nejméně vhodná.

Cílem strategie nakládání s kalem by mělo být nalezení výstupů, které jsou spolehlivé, environmentálně přijatelné (uhlíková stopa), bezpečné a ekonomické.

Použitelnost výstupů určí způsob, jakým by měl být kal upraven. Aby to bylo možné udělat, je důležité zaměřit se na kvalitu, na řízení procesů a na provozní praxi.

ČSN P CEN/TS 16181 Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) plynovou chromatografií (GC) a vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

SWECO

Technická specifikace popisuje stanovení 16 PAH v kalech, půdách a upraveném bioodpadu s použitím plynové chromatografie s hmotnostním spektrometrem (GC-MS) nebo HPLC v kombinaci s UV-DAD- nebo fluorescenční detekcí (HPLC-UV-DAD/FLD).

Při použití fluorescenční detekce není možné měřit acenaftylen. Mez detekce závisí na stanovovaných látkách, na použitém vybavení, na kvalitě chemikálií použitých pro extrakci vzorku a čištění extraktu. Obvykle může být pro každý jednotlivý PAH zajištěna mez stanovitelnosti 0,01 mg/kg (v sušině).

Kaly, půdy a upravený bioodpad mohou mít různé vlastnosti a také různé očekávané úrovně kontaminace PAH a přítomnost rušivých látek. Proto není možné popsat jeden obecný postup. Technická specifikace obsahuje rozhodovací tabulky uvádějící vlastnosti vzorku a způsob extrakce a čištění, který může být použit. Jsou popsány dva obecné postupy, a to míchání nebo použití Soxhletovy extrakce/tlakové extrakce kapalinou.

ČSN P CEN/TS 16181 Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAH) plynovou chromatografií (GC) a vysokoúčinnou kapalinovou chromatografií (HPLC)

SWECO

Po snížení vlhkosti a po homogenizaci je vzorek extrahován rozpouštědlem. Extrakt je zkoncentrován a rušivé látky jsou odstraněny čisticí metodou, vhodnou pro specifickou matrici. Eluát se zkoncentruje. Pro analýzu HPLC se zkoncentrovaný eluát odebere do vhodného méně těkavého polárního rozpouštědla mísitelného s vodou a nepolární zbytek eluátu se odstraní.

Extrakt je analyzován GC-MS s použitím kapilární kolony se stacionární fází nízké polarity nebo HPLC-UV-DAD/FLD s použitím vhodné kolony s reverzní fází.

PAH jsou identifikovány a stanoveny s použitím GC-MS porovnáním relativních retenčních časů a relativních výšek píků (nebo ploch píků) vzhledem k přidaným vnitřním standardům, a při použití HPLC s použitím odpovídajících roztoků vnějších standardů o různých koncentracích.

.

ČSN P CEN/TS 16171 Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení prvků hmotnostní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS)

SWECO

Tato technická specifikace popisuje metodu stanovení dále uvedených prvků po rozkladu kalů, upraveného bioodpadu a půd lučavkou královskou nebo kyselinou dusičnou:

Hliník, antimon, arsen, baryum, beryllium, bismuth, bor, kadmium, cesium, vápník, cer, cesium, chrom, kobalt, měď, dysprosium, erbium, europium, gadolinium, gallium, germanium, zlato, hafnium, holmium, indium, iridium, železo, lanthan, olovo, lithium, lutetium, hořčík, mangan, rtuť, molybden, neodym, nikl, palladium, fosfor, platina, draslík, praseodym, rhenium, rhodium, rubidium, ruthenium, samarium, scandium, selen, křemík, stříbro, sodík, stroncium, síra, tellur, terbium, thallium, thorium, thulium, cín, titan, wolfram, uran, vanad, yttrium, ytterbium, zinek a zirkon.

Pracovní rozsah závisí na matrici a na rušivých vlivech. Mez detekce pro většinu prvků je mezi 0,1 mg/kg sušiny a 2,0 mg/kg sušiny.

ČSN P CEN/TS 16171 Kaly, upravený bioodpad a půdy – Stanovení prvků hmotnostní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS)

Vzorky po rozkladu kyselinou dusičnou nebo lučavkou královskou jsou analyzovány metodou ICP-MS. Touto metodou se měří ionty produkované indukčně vázaným plazmatem. Formy analytu, pocházející z roztoku po rozkladu vzorku, jsou zmlžovány a vzniklý aerosol je zaveden plynným argonem do plazmatu.

Ionty, které vznikají při vysokých teplotách plazmatu, jsou neseny plynným plazmatem a zavedeny pomocí interface do hmotnostního spektrometru, separovány podle svých poměrů hmotnosti k nábojovému číslu a kvantifikovány detektorem (např. kanálovým násobičem elektronů).

.

Dostupnost norem ČSN

Normy ČSN jsou přístupné hlavně v elektronické formě – přístup je umožněn prostřednictvím internetu.

Podrobnosti o této službě naleznete na internetu na stránkách Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví (ÚNMZ) (www.unmz.cz, nadpis „ČSN online“).

Věstník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví je dostupný na internetu na stránkách ÚNMZ.

Veřejné připomínkování návrhů technických norem v elektronické formě

www.unmz.cz, **Veřejné připomínkování návrhů technických norem.**

Jednoduchý způsob připomínkování návrhů technických norem

Je možné připomínkovat návrhy evropských norem (prEN) a návrhy ČSN. Připomínkování probíhá ve čtyřech krocích:

- **Hledání** - Hledání **podle klíčových slov** nebo procházení návrhů technických norem **podle zaměření (**např. **Zdraví, životní prostředí a zdravotní zařízení**)
- **Čtení** - Nahlédnutí do návrhů technických norem (pro čtení je potřebná registrace – uvedení e-mailové adresy a hesla)
- **Připomínky** - Připomínkování návrhů technických norem (uvést nejen připomínku, ale i navrhovanou změnu nebo odůvodnění)
- **Sdílení** - Sdílení připomínek nebo oblíbených návrhů norem s kolegy

Informace o technických normách odpadového hospodářství

Centrum technické normalizace ve Sweco Hydroprojekt a.s.
(www.sweco.cz, složka Služby, nadpis Tvorba norem pro vodní hospodářství a ekologii)

Sweco Hydroprojekt a.s. vydává v lednu a v červenci každého roku aktualizovaný seznam technických norem vodního a odpadového hospodářství.

SWECO

Děkuji za pozornost.