

ALS Laboratory Group

ANALYTICAL CHEMISTRY & TESTING SERVICES



**Environmental Division, ALS Czech Republic, s.r.o.,
Laboratoř Česká Lípa, Bendlova 1687/7, 470 01 Česká Lípa**



**Praktické zkušenosti s úpravou vzorků odpadů
k chemickým a ekotoxikologickým analýzám**

Tomáš Bouda

*Right solutions....
....Right partner*

Úvod – Metodický pokyn MŽP „Příprava zkušební vzorku pro posouzení odpadů na základě jejich vyluhovatelnosti a obsahu škodlivin v sušině“

MŽP vydalo MP s cílem dosažení **shodnosti postupů** používaných při hodnocení odpadů. Sjednocuje postupy předúpravy vzorků pro analýzy odpadu pro potřeby prováděcích předpisů k zákonu o odpadech. Metodický pokyn se zaměřuje na **přípravu zkušební vzorku** (veškeré činnosti probíhající v laboratoři při přípravě zkušební vzorku z laboratorního vzorku, tj. od příjmu vzorku v laboratoři do zahájení zkoušky), zdůrazňuje kritické body, které vyvstávají při úpravě vzorků před jejich zkoušením. Na základě požadavků plynoucích z vydání dalších prováděcích právních předpisů k zákonu o odpadech byl MP **rozšířen o předúpravu vzorku pro posouzení odpadů na základě obsahu škodlivin v sušině**.

V tomto příspěvku se zabývám praktickými zkušenosti s aplikací MP v laboratoři, jsou diskutovány zejména problematické části MP a úskalí při jeho realizaci.



Termíny používané při chemickém rozboru vzorků odpadů a výluhu odpadů

DÍLČÍ VZOREK [Increment]

Samostatná část vzorku získaná vzorkovacím zařízením jedním odběrem a použitá jako část směsného vzorku.

HOMOGENITA, HETEROGENITA [Homogeneity, heterogeneity]

Míra rovnoměrnosti rozložení vlastností nebo složek v daném množství materiálu.

LABORATORNÍ VZOREK [Laboratory Sample]

Vzorek připravený k odeslání do laboratoře, určený k vyšetření nebo zkoušce.

Laboratorní vzorek může být použit přímo jako zkušební vzorek, nebo je třeba ho dále upravit, například zmenšením, homogenizací, mletím, nebo jakoukoliv jejich kombinací k vytvoření zkušebního vzorku. Laboratorní vzorek je konečný vzorek z hlediska provedení odběru vzorku, ale je počátečním vzorkem z pohledu laboratoře. Několik laboratorních vzorku může být připraveno a posláno do různých laboratoří nebo do stejné laboratoře na provedení různých zkoušek.



Termíny používané při chemickém rozboru vzorků odpadů a výluhu odpadů

PODVZOREK (PODÍL VZORKU) [Sub-sample]

Část vzorku vyjmutá ze vzorku odebraného ze vzorkovaného souboru.

Pozn. 1: Může být odebrán stejným způsobem, jako byl odebrán původní vzorek, ale nemusí.

Pozn. 2: V případě vzorkování volně loženého materiálu jsou dílčí vzorky často připravovány dělením vzorku. Takto získaný dílčí vzorek se také nazývá „dělený vzorek“.

PŘÍPRAVA VZORKU [Sample preparation]

Soubor důležitých činností (jako je zmenšování velikosti, míchání, dělení apod.), které mohou být nezbytné pro převedení odebraného vzorku na laboratorní nebo zkušební vzorek.

REPREZENTATIVNÍ VZOREK [Representative sample]

Vzorek získaný na základě plánu vzorkování, u kterého se očekává, že způsobem odpovídajícím požadavkům cíle vzorkování reprezentuje sledované vlastnosti základního souboru.



Termíny používané při chemickém rozboru vzorků odpadů a výluhu odpadů

SMĚSNÝ VZOREK (TAKÉ PRŮMĚRNÝ NEBO SLOŽENÝ) [Composite sample (also average or aggregate)]

Dva nebo více dílčích vzorků smíšených dohromady v příslušných poměrech, buď postupně (odděleně) nebo kontinuálně, které mohou poskytnout průměrnou hodnotu sledované vlastnosti.

VELIKOST VZORKU [Sample size]

Počet položek nebo množství materiálu tvořících vzorek.

VZOREK [Sample]

Část materiálu vybraná z jeho většího množství.

ZKUŠEBNÍ VZOREK [Test sample]

Vzorek, připravený z laboratorního vzorku, ze kterého se připravují zkoušené vzorky.

Pozn.: ČSN ISO 11074: 4.1.13 (2007) Test sample překládá jako Analytický vzorek a Test portion jako Zkušební vzorek. Tento překlad je nevýstižný a zavádějící neboť právě Test portion je vzorkem, který je bezprostředně analyzován a u pevných látek představuje navážku materiálu k analýze.

ZKOUŠENÝ VZOREK [Test portion]

Příslušné množství materiálu pro měření koncentrace nebo jiných sledovaných vlastností, odebrané ze zkušebního vzorku. U pevných vzorků se používá termín navážka.



ZRNITOST ZKOUŠENÉHO VZORKU A JEHO MNOŽSTVÍ POTŘEBNÉ K CHEMICKÉ ANALÝZE

Obecně platí, že zkoušený vzorek, tj. množství materiálu odebraného ze zkušebního vzorku, které se bezprostředně vezme k analýze, by měl svými vlastnostmi a svým složením odpovídat laboratornímu vzorku, který by měl zase svými vlastnostmi a svým složením reprezentovat vzorkovaný objekt. V oblasti rozborů nerostných surovin a hornin je to možné poměrně snadno zajistit, **v oblasti rozborů odpadů je to nepoměrně složitější, zejména z důvodu jejich velké heterogenity.**

Je-li možno zkušební metodou analyzovat jenom velmi malá množství zkoušeného vzorku, řádově **X-X0 mg** (např. stanovení TOC), musí být jeho zrnitost na úrovni cca 70 μm , pokud není vzorkovaný vzorek naprosto homogenní (což platí např. pro pitné vody). Požadavky na zrnitost zkoušeného vzorku se liší podle jeho množství odebíraného k analýze a též podle distribuce analyzované komponenty ve zkušebním vzorku (např. distribuce Au je velmi heterogenní a k analýze by se měl vzít celý laboratorní vzorek).



ZRNITOST ZKOUŠENÉHO VZORKU A JEHO MNOŽSTVÍ POTŘEBNÉ K CHEMICKÉ ANALÝZE

Existuje celá řada teorií, jak velký by měl být odebíraný laboratorní vzorek, výpočty podle publikovaných vztahů poskytují při větších zrnitostech obyčejně velmi vysoké navážky, to se týká i vztahů uvedených v **MP ke vzorkování odpadů [3]**. Praxe je ovšem taková, že klienti dodávají většinou velmi malá množství laboratorního vzorku, která mnohdy nestačí ani k přípravě zkušebního vzorku. Postup přípravy zkušebního vzorku ze vzorku laboratorního je též v mnohých laboratořích podceňován, tj. zkušební vzorek má podstatně větší zrnitost, než by odpovídalo reprezentativnímu množství zkoušeného vzorku. Je to dáno částečně nedostatečným vybavení „přípravny pevných vzorků“, chybí drtiče, mlýny, třečky. Pak se zrnitost snižuje pomocí kladiv apod. a zkoušený vzorek se natírá manuálně a obvykle nedostatečně v třecích miskách.

V případě odpadů se silikátovou matricí, která je blízká horninám a rudám, např. sklářské písky, popel, škvára atd., se laboratorní vzorek upravuje zejména drcením, mletím a třením.

Zrnitost zkoušeného vzorku závisí na jeho navážce, se zvyšující zrnitostí by měla obecně růst s druhou a vyšší mocninou efektivní velikosti zrna.

[3] Věstník Ministerstva životního prostředí, Ročník XVIII, částka 4:
6. Metodický pokyn ke vzorkování odpadů, Praha 2008, 1-64 s.



ZRNITOST ZKOUŠENÉHO VZORKU A JEHO MNOŽSTVÍ POTŘEBNÉ K CHEMICKÉ ANALÝZE

MP v případě rozborů odpadů definuje následující velikosti a zrnitosti zkoušených vzorků, které jsou shrnuty v Tabulce 1.

Tabulka 1: Rozbory odpadů, zrnitosti a navážky zkoušeného vzorku pro jednotlivé analýzy

Analyt - metoda rozkladu, přípravy k analýze	Metody stanovení	Zrnitost zkoušeného vzorku D_{95} v mm	Minimální navážka zkoušeného vzorku
Sušina laboratorního vzorku (zeminy a odpady zrnitého charakteru)	Gravimetrie	Stejná jako laboratorní vzorek (podvzorek)	10 – 15 g (Odpad se zrnitostí nad 10 mm by se měl nadrtit na čelistovém drtiči apod.)
Sušina laboratorního vzorku (kaly)	Gravimetrie	Stejná jako laboratorní vzorek (podvzorek)	Taková, aby sušina byla alespoň 0,50 g
Vodný výluh – příprava [4]	dle ČSN EN 12457 - část 4	< 10 mm	Sušina vzorku > 100 g
Kovy v odpadech obecně – rozklad vzorku lučavkou královskou [5] 1) uzavřená nádoba v mikrovlnném zařízení 2) polootevřená nádoba v mikrovlnném zařízení 3) rozklad v systému se zpětných chladičem	Metody AAS a ICP. [5] ČSN EN 13657 (2003) Charakterizace odpadů – Rozklad k následnému stanovení prvků rozpustných v lučavce královské	< 0,25 mm <u>Poznámka:</u> Pro postupy 1) a 2) je zrnitost < 0,25 mm nedostatečná. Zkušební vzorek je třeba natřít na analytickou jemnost (< 0,074 mm)	1) Od 0,1 do 1,0 g 2) Od 0,5 do 1,0 g 3) Od 1 do 10 g <u>Poznámky:</u> Nedostatečná zrnitost pro metody 1) a 2). V případě metody 3) rozkládat alespoň 3 g vzorku



ZRNITOST ZKOUŠENÉHO VZORKU A JEHO MNOŽSTVÍ POTŘEBNÉ K CHEMICKÉ ANALÝZE

Tabulka 1: Rozbory odpadů, zrnitosti a navážky zkoušeného vzorku pro jednotlivé analýzy

Analyt - metoda rozkladu, přípravy k analýze	Metody stanovení	Zrnitost zkoušeného vzorku D ₉₅ v mm	Minimální navážka zkoušeného vzorku
<p>Kovy v kalech apod. – rozklad vzorku lučavkou královskou [6]</p> <p>A. rozklad v systému se zpětných chladičem</p> <p>B. rozklad za varu ve skleněné zkumavce</p> <p>C. rozklad v uzavřené nádobě v mikrovlnném zařízení</p> <p>D. Rozklad v otevřené nádobě v mikrovlnném zařízení</p>	<p>Metody AAS a ICP. [6] ČSN EN 13346 (2001) <i>Charakterizace kalů – Stanovení stopových prvků a fosforu – Metody extrakce lučavkou královskou</i></p>	<p>Zrnitost není definována</p> <p><i>Norma předepisuj natřít celý zkušební vzorek na analytickou jemnost (< 0,074 mm)</i></p>	<p>A. cca 3,0 g B. cca 0,5 g C. Od 0,3 do 1,0 g D. Od 0,5 do 1,0 g</p> <p><i><u>Poznámky:</u> Dostatečná zrnitost pro metody 1) a 2). V případě metody 3) rozkládat alespoň 3 g vzorku</i></p>
<p>PCB / PAU v pevném vzorku – příprava vzorku k analýze</p> <p>1. Extrakce třepáním či ultrazvukem</p> <p>2. Soxhletova extrakce</p>	<p>Metody GC a HPLC</p>	<p>< 1 mm</p>	<p>10 až 25 g vzorku</p>
<p>EOX v pevných odpadech – Soxhletova extrakce či jiná validovaná metoda</p>	<p>Coulometrie</p>	<p>< 2 mm</p>	<p>10 až 20 g vzorku</p>



ZRNITOST ZKOUŠENÉHO VZORKU A JEHO MNOŽSTVÍ POTŘEBNÉ K CHEMICKÉ ANALÝZE

Tabulka 1: Rozbory odpadů, zrnitosti a navážky zkoušeného vzorku pro jednotlivé analýzy

Analyt - metoda rozkladu, přípravy k analýze	Metody stanovení	Zrnitost zkoušeného vzorku D_{95} v mm	Minimální navážka zkoušeného vzorku
BTEX/ CIU v pevných odpadech – příprava již při odběru vzorku nebo kryogenní drcení; head space zkoušky resp. SPME	Metody GC	Zrnitost stejná jako u laboratorního vzorku	Cca 5 – 10 g vzorku; je-li zrnitost laboratorního vzorku příliš velká, nadrtí se v terénu, nejlépe kryogenně
C₁₀ až C₄₀ v pevných odpadech - head space zkoušky resp. SPME	Metody GC	< 2 mm Sušení lyofilizací; další příprava musí vyloučit ztráty analytu	10 až 20 g vzorku
AOX v pevných odpadech	Coulometrie	< 0,100 mm; sušení při 100 C	Cca do 1 - 2 g
TOC v pevných odpadech	IR či coulometrie	< 0,074 mm sušení při 40 C nebo v upraveném původním vzorku	Obvykle X0-X00 mg (neuvádí metodický pokyn [1])

[1] Věstník Ministerstva životního prostředí, Ročník XX, částka 12: 8. **Metodický pokyn:** příprava zkušební vzorku pro posouzení odpadů na základě jejich vyluhovatelnosti a obsahu škodlivin v sušině, Praha 2010, s. 14-35



PROBLEMATIKA PŘÍPRAVY VODNÉHO VÝLUHU KE STANOVENÍ NEBEZPEČNÝCH VLASTNOSTÍ ODPADU H14 a H15

Příprava vodného výluhu pro stanovení nebezpečných vlastností odpadu **H14** „*Ekotoxicita*“ a **H15** „*Schopnost uvolňovat nebezpečné látky do životního prostředí při nebo po odstraňování*“ se provádí podle normy **ČSN EN 12457 - část 4** „*Charakterizace odpadů – Vyluhování – Ověřovací zkouška vyluhovatelnosti zrnitých odpadů a kalů Část 4: Jednostupňová vsádková zkouška při poměru kapalná a pevná fáze 10 L/kg pro materiály se zrnitostí menší než 10 mm (bez zmenšení velikosti částic, nebo s ním)*“. Postup je stručně popsán i v **MP**.

Pokud laboratorní vzorek obsahuje **více než 5 % částic větších než 10 mm**, musí se tato část vzorku rozdrtit na částice menší než 10 mm (drcením v čelistovém drtiči či v třecí misce, apod., pokud jde o zrnitý odpad se silikátovou maticí; pružné a plastické odpady se drtí kryogenním mletím; obtížně drtitelný nebo nedrtitelný odpad se z dalšího zpracování vyloučí). Všechny operace, hmotnosti frakcí a postupy drcení musí být popsány v průvodní dokumentaci přípravy zkušebního vzorku.



PROBLEMATIKA PŘÍPRAVY VÝLUHU KE STANOVENÍ NEBEZPEČNÝCH VLASTNOSTÍ ODPADU H14 a H15

Vzhledem k tomu, že se k přípravě výluhu používá materiál se zrnitostí až **10 mm**, musí se připravovat výluh z minimální navážky sušiny zkoušeného vzorku 100 – 150 g, a to i v tom případě, že se z výluhu provádí stanovení, na které je potřeba jen 50 mL výluhu. Klienti často posílají k analýze velmi malé množství laboratorního vzorku, ze kterého není možno připravit ani 1 L výluhu.

Pro stanovení nebezpečné vlastnosti **H14** je třeba až 10 L výluhu, proto musí klient dodat minimálně takové množství laboratorního vzorku, které obsahuje 1 kg sušiny. Toto množství ale neřeší reprezentativnost vzorku, která je dána vzorkovacími postupy. Plán vzorkování musí zajistit, že dodaný laboratorní vzorek reprezentuje vzorkovaný objekt.

Např. při analýze vzorků „železničního svršku“, který obsahuje kameny o zrnitosti až 10 cm (*makadan*), musí klient dodat minimálně 10 kg laboratorního vzorku, aby odpovídající zkoušený vzorek pro přípravu výluhu reprezentoval laboratorní vzorek a ten zase reprezentoval vzorkovaný objekt.



PROBLEMATIKA PŘÍPRAVY VODNÉHO VÝLUHU KE STANOVENÍ NEBEZPEČNÝCH VLASTNOSTÍ ODPADU H14 a H15

Firmy zabývající se likvidací odpadů se často pokoušejí veškeré odpady otestovat na nebezpečnou vlastnost **H15**, i když to je pro daný druh odpadu naprosto nevhodné, neboť likvidace odpadu na skládce je levnější, než např. ve spalovně (např. odpady barev, plastická hmota, apod.). U takovýchto odpadů není možno obvykle ani připravit zkušební vzorek, nebo je odpad natolik heterogenní, že by odpovídající laboratorní vzorek měl mít hmotnost několika desítek až stovek kg. Je proto důležité, aby dobře fungovala spolupráce mezi laboratoří a osobami pověřenými k hodnocení nebezpečných vlastností odpadů resp. zpracovávajícími základní popis odpadu.

Samostatnou kapitolou je separace výluhu od vylouženého zkoušeného vzorku. Většinou je nutno jako první stupeň provést oddělení výluhu od zbytků pevného odpadu centrifugací. Filtrace přímo přes doporučené filtry se střední velikosti pórů 0,45 μm je též ve většině případů nepoužitelná, neboť již po odfiltrování několika málo mL dojde k zanesení pórů filtrů, zejména pokud testovaný vzorek obsahuje určitý podíl jílovitých minerálů. Proto se obvykle provádí „předfiltrace“ s inertními filtry ze skelných vláken o střední velikosti pórů 2,7 μm a 1,0 μm . A takto získaný filtrát se teprve filtruje přes doporučené filtry se střední velikostí pórů 0,45 μm .



PROBLEMATIKA PŘÍPRAVY VODNÉHO VÝLUHU KE STANOVENÍ NEBEZPEČNÝCH VLASTNOSTÍ ODPADU H14 a H15

Metodický pokyn [1] striktně předepisuje konečnou filtraci vodného výluhu přes filtr **0,45 μm** pro všechny parametry kromě ekotoxikologických, kde se používá papírový filtr se střední velikostí pórů **5 μm** . Přefiltrovat 1 L výluhu, byť předem odstředěného, přes filtr 0,45 μm představuje mnohdy neřešitelný problém, přitom pro řadu parametrů postačuje i filtrace přes filtr 1,0 μm (např. pH, elektrická konduktivita, chloridy, sírany a fluoridy, ale i fenolový index a kyanidy, kdy je podíl pevné fáze obsažený ve filtrátu výluhu zanedbatelný vzhledem k celkovému množství pevné fáze použité k přípravě výluhu), aniž by došlo k významnému ovlivnění měřených hodnot.

[1] Věstník Ministerstva životního prostředí, Ročník XX, částka 12: 8. **Metodický pokyn:** příprava zkušební vzorku pro posouzení odpadů na základě jejich vyluhovatelnosti a obsahu škodlivin



PŘÍPRAVA ZKOUŠENÉHO VZORKU K ANALÝZE JEDNOTLIVÝCH ANALYTŮ (PARAMETRŮ) V SUŠINĚ ODPADU

Metodický pokyn uvádí maximální zrnitosti a minimální navážky zkoušeného vzorku pro jednotlivé analyty (parametry). Data jsou sumarizována v **Tabulce 1**. Tyto údaje mají podklad v jednotlivých normách, přesto jsou v některých případech tyto hodnoty diskutabilní.

Zrnitost zkoušeného vzorku **< 10 mm** pro přípravu vodného výluhu je usanční a vcelku oprávněná, laboratorní vzorek by se neměl mlít, ale pouze drtit.

Problematická je podle mého názoru zrnitost zkoušeného vzorku pro stanovení kovů v sušině odpadu. V soulase s normou **ČSN EN 13657 Charakterizace odpadů – Rozklad k následnému stanovení prvků rozpustných v lučavce královské** je předepsána v MP zrnitost **< 0,250 mm**, a to i pro navážky od 0,1 g do 1,0 g. Přitom tato norma sama v Příloze B „Validace“ uvádí, že testy byly prováděny se vzorkem o zrnitosti pod **90 μm**, a i při této zrnitosti u cca poloviny analyzovaných prvků byly se zvyšováním navážky pozorovány byť malé, ale statisticky významné rozdíly ve výtěžcích. Při testování vzorku o zrnitosti 560 μm byl výtěžek ještě významněji nižší. Údaj předepsané zrnitosti **< 0,250 mm** není tedy dostatečně věrohodně podložen. Obecně je známo, že zkušební vzorek natřený na analytickou jemnost (**< 74 μm**) reprezentuje výchozí laboratorní vzorek i na úrovni navážek X0 mg. Pro navážky **1 - 3 g** je zrnitost na úrovni **0,250 mm** dostatečná, ne však již zrnitost cca 2 mm, která se někdy pro tato stanovení používá (sítování přes síto s otvory o velikosti 2 mm).



PŘÍPRAVA ZKOUŠENÉHO VZORKU K ANALÝZE JEDNOTLIVÝCH ANALYTŮ (PARAMETRŮ) V SUŠINĚ ODPADU

Pro stanovení kovů v sušině odpadů typu kalů, je předepsán rozklad lučavkou královskou podle normy **ČSN EN 13646** *Charakterizace kalů – Stanovení stopových prvků a fosforu - Metody extrakce lučavkou královskou*. Tato norma specifikuje 4 různé metody rozkladu vzorku lučavkou královskou, kterou jsou i s navážkami zkoušeného vzorku uvedeny v Tabulce 1. Norma předepisuje natření celého zkušebního vzorku na analytickou jemnost. Výtěžky naměřené z jednotlivých metod rozkladu na několika vzorcích se příliš statisticky významně neliší, což je to dáno pravděpodobně i tím, že částice kalu jsou samy o sobě velmi jemné.

Pro stanovení organických parametrů, **PAU / PCB, EOX a C₁₀ až C₄₀** předepisuje metodický pokyn [1] zrnitost cca **1 – 2 mm**, při navážkách zkoušeného vzorku cca 5 – 20 g. Tato zrnitost je celkem v souladu s analyzovanou navážkou, v případě některých druhů odpadů může být problém s přípravou vzorku na tuto zrnitost. Zejména u vzorků s nesilikátovou maticí.



PŘÍPRAVA ZKOUŠENÉHO VZORKU K ANALÝZE JEDNOTLIVÝCH ANALYTŮ (PARAMETRŮ) V SUŠINĚ ODPADU

Parametry **BTEX** / **CIU** by měly být analyzovány nejlépe v **podvzorku** laboratorního vzorku, **odebraného přímo v terénu** a zabezpečeného proti úniku těkavých organických látek. I když může být určitý rozdíl v obsahu těchto analytů mezi laboratorním vzorkem a podvzorkem (dílčím vzorkem), je to rozhodně doporučováno s ohledem na možnou ztrátu těchto analytů při transportu a úpravě vzorku v laboratoři.

Pro stanovení **AOX** v pevném odpadu je předepsána úprava zkoušeného vzorku sušením při **100 °C** a mletím na zrnitost pod **< 100 µm** podle normy **DIN 38 414 – S 18 [7]**. Tato norma je určena primárně pro stanovení AOX v půdách, v případě většiny odpadů může být problém s přípravou zkoušeného vzorku na tuto zrnitost.

Pro stanovení **AOX i TOC** (viz dále) lze obvykle použít tutéž metodu přípravy zkoušeného vzorku.

[7] **DIN 38 414 – S 18 (1989) Schlamm und Sedimente (Gruppe S) – Bestimmung von adsorbierten, organisch gebundenen Halogenen (AOX), DIN Berlin**



PŘÍPRAVA ZKOUŠENÉHO VZORKU K ANALÝZE JEDNOTLIVÝCH ANALYTŮ (PARAMETRŮ) V SUŠINĚ ODPADU

Stanovení celkového **organického uhlíku (TOC)** není v Metodickém pokynu uvedeno, i když se tento parametr v odpadech stanovuje. Stanovení TOC podle normy **ČSN EN 13137 [8]** se provádí dvěma postupy. **Nepřímý postup A** stanovuje TOC jako rozdíl celkového uhlíku (TC) a anorganického uhlíku (TIC), zatímco při **přímém postupu B** se odstraní nejprve anorganický uhlík TIC rozkladem zkoušeného vzorku s kyselinou chlorovodíkovou a v usušeném zkoušeném vzorku se stanoví přímo TOC. Podle normy by měly být zkoušené vzorky homogenizovány, ale nesušeny, aby nedošlo ke ztrátě těkavých organických látek. Vzorky by měly být rozdrceny pod 200 μm . V případě nízkého obsahu těkavých organických látek norma připouští sušení při 105 $^{\circ}\text{C}$. V praxi je obvykle prakticky nemožno poměrně nehomogenní vzorky odpadu v nesušeném stavu natřít na zrnitost pod 200 μm . Těkavé organické látky totiž mohou uniknout i při drcení původního vzorku. Lze očekávat též jejich částečný únik při přímém postupu B společně s uvolňovaným CO_2 . Navážky zkoušeného vzorku pro stanovení TOC jsou obvykle na úrovni **X0-X00 mg**, proto by měl být zkoušený vzorek natřen na analytickou jemnost, tj. zrnitost < 74 μm . Je-li očekáván vyšší obsah těkavých organických látek, doporučujeme sušení při 40 $^{\circ}\text{C}$.

[8] **ČSN EN 13137 (2002) Charakterizace odpadů - Stanovení celkového organického uhlíku (TOC) v odpadech, kalech a sedimentech**



ZÁVĚR

Cílem předloženého sdělení bylo upozornit na důležitost správné předúpravy vzorku a na souvislosti mezi zrnitostí vzorku a minimální navázkou zkoušeného vzorku ke stanovení jednotlivých parametrů v sušině odpadu a k přípravě vodného výluhu odpadu. Odpady mají nejrůznější a mnohdy i velmi složitou matici a i v případě, že se jedná o silikátovou matici, nemusí být úprava vzorku odpadu snadnou záležitostí.

Jsou též diskutovány některé zjevné rozpory v metodických postupech a normách. Je upozorněno též na některé nedostatky při předávání laboratorních vzorků odpadů klienty do laboratoře k chemickým rozborům.



Děkuji Vám za pozornost!

Tomas.Bouda@ALSglobal.com

487 828 500, 602 144 727

