

VÝSLEDKY MEZILABORATORNÍHO ZKOUŠENÍ V KALECH Z ČIŠTĚNÍ ODPADNÍCH KOMUNÁLNÍCH VOD

Petr Kohout – Forsapi s.r.o.
Pavel Bernáth – Zdravotní ústav se sídlem v Ústí nad Labem
Zdeněk Veverka – Univerza-SoP s.r.o.



Společnosti Forsapi a UNIVERZA-SoP zajišťují od roku 2008 vzdělávání pracovníků laboratoří a konzultačních společností zabývajících se odběrem a vyhodnocením vzorků odpadů.

Jednotlivá školení jsou věnována vybraným druhům odpadů a v jejich průběhu jsou testovány rozličné postupy vzorkování a testování laboratoří s cílem postupného sjednocování metodik vzorkování a laboratorních prací, tak aby se zvyšovala spolehlivost výsledků pro konečné uživatele

Přehled realizovaných doškolovacích seminářů a řešené problematiky

2009

- 16-17/4/2009 Chocerady –vzorkování železničních pražců
- 19/11/2009 Stará Lužice vzorkování solidifikátů

2010

- 23/6/2010 Leština –vzorkování železničních pražců
- 1/10/2010 na biodegradační ploše společnosti EPS s.r.o. v areálu skládky Celio a.s. - vzorkování heterogenních odpadů upravených biodegradací

2011

- 26/10/2011 Beroun - vzorkování stavebních materiálů
- 12/05/2011 Laguna Sojovice- vzorkování sedimentů

Přehled realizovaných doškolovacích seminářů a řešené problematiky

2012

- 27/6/2012 Raspenava - vzorkování stavebních materiálů
- 12/09/2012 Prachovice – vzorkování spalitelných odpadů.

2013

- 17/05/2013 ZEVO Praha - vzorkování TZSO
- 17/09/2013 SAKO Brno a.s. – vzorkování TZSO.

2014

- 17/05/2014 BVK a.s. - vzorkování kalů z ČOV
- 21/10/2014 Sčvk a.s. – vzorkování kalů z ČOV.

2015

- 26/05/2015 TSmPelhřimova – vzorkování kompostů vznikajících z bioodpadů
- 20/10/2015 Enviropol Jihlava - vzorkování elektroodpadů.

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – BVK a.s. Brno-Modřice

Cílem semináře bylo:

- seznámit se s podmínkami a charakteristikami provozu zařízení ČOV
- a rovněž porovnání výsledků odběru vzorků a laboratorních zkoušek vybraných ukazatelů ve vysušeném kalu z čištění odpadních komunálních vod



Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – BVK a.s. Brno-Modřice

Odběr a úprava vzorků:

- 1 směsný terénní vzorek odpadu: kaly z čištění komunálních odpadních vod (19 08 05).
- Terénní vzorek byl odebírán kontinuálně po dobu 30 minut a měl konečnou hmotnost 22,92 kg
- Veškerý terénní vzorek byl vysypán do stavební vaničky a mícháním, přehazováním a přesypáváním homogenizován.
- Za stálého promíchávání byl terénní vzorek rozdělen pomocí naběračky do 28 vzorkovnic. Takto bylo do vzorkovnic umístěno 17,16 kg.
- Zbytek terénního vzorku byl odstraněn

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – BVK a.s. Brno-Modřice

Odběr a úprava vzorků:

- Následně byly vzorkovnice označeny – polovina vzorkovnic jako vzorek 1 a druhá polovina jako vzorek 2.
- Jednotlivé dvojice vzorků – vždy vzorek 1 a vzorek 2, byly předány zástupcům laboratoří, které se testování zúčastnily

Testování laboratoří

- testování se zúčastnilo 11 laboratoří
- jedna laboratoř provedla testování ve 3 centrech

Název laboratoře	Adresa laboratoře
ALS Czech Republic s.r.o.	Na Harfě 336/9, 190 00 Praha 9
Aquatest a.s.	Geologická 4, 152 00 Praha 5
Bioanalytika CZ, s.r.o.	Píšťovy 820, 537 01 Chrudim
ecorec Česko s.r.o.	Tovární 296, 538 04 Prachovice (laboratoř není akreditovaná ČIA)
Eko-Lab Žamberk spol. s r.o.	Zemědělská 1004, 564 01 Žamberk
Geotest Brno a.s.	Šmahova 1244/112, 627 00 Brno
Laboratoř MORAVA s.r.o.	Oderská 456, 742 13 Studénka
Monitoring, s.r.o.	Novákových 439/6, 180 00 Praha 8
Severočeské vodovody a kanalizace, a.s.	Přítkovská 1689, 415 50 Teplice
Zdravotní ústav se sídlem v Ostravě	Partyzánské náměstí č.7, 702 00 Ostrava
Zdravotní ústav se sídlem v Ústí nad Labem	Moskevská 15, 400 01 Ústí nad Labem

- na stanovení kovů v sušině a ve vodném výluhu vzorků podle vyhlášky č.294/2005 Sb.

Testování laboratoří

úprava vzorků:

- pro analytické stanovení byla použita pouze část vzorku o velikosti částic pod 2 mm (tzn. ke zkouškám bylo využito pouze podsítné po rozsítování laboratorního vzorku na síť 2 mm, nadsítné bylo ze zkoušek vyloučeno)

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení v sušině

vzorek 1		označení laboratoře													Vyhláška č.294/2005 Sb
ukazatelé v sušině		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	tab. 10.1
sušina	%	93,4	93,77	93,98	93,43	95,2	93,7	95,5	93	95,18	-	93,6	93,2	92,7	
As	mg/kg suš.	<5	3,378	0,58	-	3,79	2,41	<5	<5	0,58	4,4	2,63	4	<5	10
Cd	mg/kg suš.	2,48	1,611	2,07	-	1,37	1,28	1,5	0,98	2,36	0,73	1,43	1,33	1,48	1
Cr	mg/kg suš.	65,1	90,2	87,2	-	77,1	85,8	78	82,8	55,5	92,9	70,5	78,6	81,5	200
Hg	mg/kg suš.	1,76	1,898	2,49	0,65	2,34	1,8	1	1,41	2,46	1,65	1,64	2,05	1,77	0,8
Ni	mg/kg suš.	46,8	40,8	32	-	34,9	39,2	49	40,3	30	41,4	36,4	40,6	41,5	80
Pb	mg/kg suš.	45,7	41,3	41,9	-	44,4	39,8	77	45,7	32,2	47,4	40	42,5	43,5	100
V	mg/kg suš.	-	34,14	29,7	-	26,6	51,1	<30	21	14,2	34,8	23,3	21,9	24,7	180

vzorek 2		označení laboratoře													Vyhláška č.294/2005 Sb
ukazatelé v sušině		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	tab. 10.1
sušina	%	93,6	93,79	93,92	93,76	94,1	93,8	89,2	93	95,12	-	94,2	93,3	92,7	
As	mg/kg suš.	<5	3,989	0,61	-	4,18	2,67	<5	<5	1,48	4,4	3	3,98	5,46	10
Cd	mg/kg suš.	2,57	1,563	1,99	-	1,4	1,24	1,4	0,98	2,33	0,62	1,39	1,33	1,44	1
Cr	mg/kg suš.	65,7	89,8	85,9	-	79	86,6	77	83,3	56	93,8	68,7	81,1	80,3	200
Hg	mg/kg suš.	1,95	1,784	2,7	0,87	3,7	2,2	1,1	1,42	1,69	1,79	1,61	2,13	2,12	0,8
Ni	mg/kg suš.	43,4	40,1	30,8	-	35,8	39,1	49	38,9	30	40,8	35,2	40,1	41,2	80
Pb	mg/kg suš.	45,2	41,6	40,9	-	44,2	40,6	76	44,8	31,3	43,6	38,6	42,4	43	100
V	mg/kg suš.	-	35,85	29,5	-	26,7	51,8	<30	22	14,3	34,4	22,5	23,2	24,3	180

Vysvětlivky:

červeně označený výsledek znamená, že při zahrnutí míry nejistoty je a zároveň není překročen limit dle tabulky 10.1

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení v sušině

vzorek 1 + 2							Vyhláška č.294/2005 Sb
ukazatelé v sušině	průměr	medián	směrodatná odchylka	relativní směrodatná odchylka	minimum	maximum	tab. 10.1
As	2,85	3,00	1,44	50,57%	0,58	5,46	10
Cd	1,54	1,42	0,51	33,14%	0,62	2,57	1
Cr	78,9	80,7	10,3	13,09%	55,5	93,8	200
Hg	1,85	1,79	0,612	33,18%	0,65	3,7	0,8
Ni	39,1	40,1	5,15	13,19%	30	49	80
Pb	44,7	42,8	10,3	22,94%	31,3	77	100
V	28,3	25,7	9,73	34,39%	14,2	51,8	180

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení v sušině

ukazatelé v sušině	označení laboratoře	preciznost stanovení replikátního vzorku (vzorek 1 a vzorek 2)													relativní směrodatná odchylka výsledků
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	vzorek 1+2
As	-	pod mezí	14,70%	4,47%	-	8,67%	9,07%	pod mezí	pod mezí	77,43%	pod mezí	11,65%	0,44%	pod mezí	50,57%
Cd	-	3,16%	2,68%	3,49%	-	1,92%	2,81%	6,11%	0,00%	1,13%	14,44%	2,51%	0,00%	2,43%	33,14%
Cr	-	0,81%	0,39%	1,33%	-	2,16%	0,82%	1,14%	0,53%	0,79%	0,85%	2,29%	2,77%	1,31%	13,09%
Hg	-	9,08%	5,49%	7,17%	25,65%	39,91%	17,72%	8,44%	0,63%	32,89%	7,21%	1,64%	3,39%	15,95%	33,18%
Ni	-	6,68%	1,53%	3,39%	-	2,26%	0,23%	0,00%	3,13%	0,00%	1,29%	2,97%	1,10%	0,64%	13,19%
Pb	-	0,97%	0,64%	2,14%	-	0,40%	1,76%	1,16%	1,76%	2,51%	7,40%	3,16%	0,21%	1,02%	22,94%
V	-	pod mezí	4,33%	0,60%	-	0,33%	1,21%	pod mezí	4,12%	0,62%	1,02%	3,10%	5,11%	1,45%	34,39%

- S výjimkou stanovení *arzénu* (laboratoř 9) a *rtuti* (laboratoř 5) byla hodnota relativní směrodatné odchylky, vyjadřující preciznost stanovení v jednotlivých laboratořích, vždy nižší než relativní směrodatná odchylka všech laboratoří
- (tzn. vliv heterogenity mezi jednotlivými vzorky nebyl směrodatný).

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení ve vodném výluhu

vzorek 1		označení laboratoře														Vyhláška č.294/2005 Sb			
ukazatelé ve vodném výluhu		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	I	Ila	Ilb	III
As	mg/l	0,01		<0,005		0,011	0,0077	<0,002	0,0106	<0,005	<0,003	0,0065	<0,03	0,0069	<0,03	0,05	2,5	0,2	2,5
Ba	mg/l	<0,02		<0,2		0,314	0,06	0,473	<0,2	0,314	0,63	0,066	0,906	0,066	2	30	10	30	
Cd	mg/l	<0,001		<0,0005		<0,0002	<0,01	<0,001	<0,0005	0,063	<0,0004	0,00183	<0,005	0,0017	<0,005	0,004	0,5	0,1	0,5
Cr	mg/l	0,028		0,04		0,0431	0,041	0,03	0,038	0,032	0,0717	0,0346	0,121	0,0346	0,2	10	5	10	
Cu	mg/l	0,147		<0,02		0,1	<0,020	0,1	0,0456	0,2	0,224	0,0395	0,0349	0,056	0,0395	0,05	7	1	7
Hg	mg/l	0,0005		<0,0005		<0,0005	-	0,13	<0,0003	0,00352	0,0003	0,00174	0,0014	0,00481	0,0046	0,001	0,2	0,02	0,2
Mo	mg/l	0,051		0,02		0,0283	<0,2	0,041	0,0298	0,027	0,065	0,0217	0,0225	0,0192	0,0178	0,05	3	1	3
Ni	mg/l	0,54		0,86		0,623	0,443	0,72	0,63	0,36	0,698	0,778	0,718	0,919	0,784	0,04	4	1	4
Pb	mg/l	<0,01		<0,02		0,026	<0,1	<0,005	0,018	<0,01	0,017	0,0468	0,066	0,111	0,066	0,05	5	1	5
Se	mg/l	0,023		<0,0020		0,036	<0,001	<0,003	0,029	<0,005	0,05	0,0178	<0,03	0,0127	<0,03	0,01	0,7	0,05	0,7
Sb	mg/l	<0,01		<0,005		<0,003	0,003	<0,003	<0,005	0,00443	0,0067	0,0029	<0,02	0,0058	<0,02	0,006	0,5	0,07	0,5
Zn	mg/l	0,136		0,1		0,336	0,39	0,1	0,348	0,25	0,139	0,688	0,074	1,05	0,367	0,4	20	5	20

vzorek 2		označení laboratoře														Vyhláška č.294/2005 Sb			
ukazatelé ve vodném výluhu		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	I	Ila	Ilb	III
As	mg/l	0,01		<0,005		0,011	0,0071	<0,002	0,0103	<0,005	0,006	0,0062	<0,03	0,0062	<0,03	0,05	2,5	0,2	2,5
Ba	mg/l	<0,02		<0,2		0,291	0,06	0,1	0,442	0,16	0,045	0,476	0,448	0,433	0,448	2	30	10	30
Cd	mg/l	<0,001		<0,0005		<0,0002	<0,01	<0,001	<0,0005	0,082	<0,0004	0,00074	<0,005	0,00063	<0,005	0,004	0,5	0,1	0,5
Cr	mg/l	0,027		0,04		0,0463	<0,1	0,048	0,0371	0,007	0,034	0,0948	0,0524	0,0697	0,0744	0,2	10	5	10
Cu	mg/l	0,178		<0,02		0,121	<0,020	0,17	0,0361	0,28	0,38	0,0917	0,0307	0,019	0,0185	0,05	7	1	7
Hg	mg/l	0,0006		<0,0005		<0,0005	-	<0,0003	<0,0003	0,00329	0,0003	0,000505	<0,001	0,000549	<0,001	0,001	0,2	0,02	0,2
Mo	mg/l	0,049		0,01		0,0235	<0,2	0,044	0,0327	0,034	0,072	0,0162	0,015	0,0163	0,0144	0,05	3	1	3
Ni	mg/l	0,527		0,74		0,642	0,413	0,8	0,66	0,066	0,72	0,717	0,631	0,838	0,781	0,04	4	1	4
Pb	mg/l	<0,01		<0,02		0,023	<0,1	<0,005	0,0192	<0,01	0,019	0,0543	0,051	0,037	0,042	0,05	5	1	5
Se	mg/l	0,022		<0,0020		0,024	<0,002	<0,003	0,032	<0,005	0,05	0,0117	<0,03	0,0127	<0,03	0,01	0,7	0,05	0,7
Sb	mg/l	<0,01		<0,005		<0,003	<0,003	<0,003	<0,005	0,00488	0,0075	0,0023	<0,02	0,0023	<0,02	0,006	0,5	0,07	0,5
Zn	mg/l	0,136		0,1		0,368	0,293	0,11	0,393	0,45	0,377	0,631	0,074	0,709	0,367	0,4	20	5	20

Vysvětlivky: červeně označený výsledek znamená, že při zahrnutí míry nejistoty je zároveň není překročen limit dle tabulky 2.1 - třída vyluhovatelnosti I

<0,03 nevhodně zvolená mez stanovitelnosti

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení ve vodném výluhu

vzorek 1		označení laboratoře														Vyhláška č.294/2005 Sb			
ukazatelé ve vodném výluhu		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	I	Ila	Ilb	III
As	mg/l	0,01		<0,005		0,011	0,0077	<0,002	0,0106	<0,005	<0,003	0,0065	<0,03	0,0069	<0,03	0,05	2,5	0,2	2,5
Ba	mg/l	<0,02		<0,2		0,314	<0,2	0,06	0,473	<0,2	0,314	0,63	0,585	0,906	0,792	2	30	10	30
Cd	mg/l	<0,001		<0,0005		<0,0002	<0,01	<0,001	<0,0005	0,063	<0,0004	0,00183	<0,005	0,0017	<0,005	0,004	0,5	0,1	0,5
Cu	mg/l	0,147		<0,02		0,1	<0,020	0,1	0,0456	0,2	0,224	0,0395	0,0349	0,056	0,0395	0,2	10	5	10
Hg	mg/l	0,0005		<0,0005		<0,0005	-	0,13	<0,0003	0,00352	0,0003	0,00174	0,0014	0,00481	0,0046	0,001	0,2	0,02	0,2
Mo	mg/l	0,051		0,02		0,0283	<0,2	0,041	0,0298	0,027	0,065	0,0217	0,0225	0,0192	0,0178	0,05	3	1	3
Ni	mg/l	0,54		0,86		0,623	0,443	0,72	0,63	0,36	0,698	0,778	0,718	0,919	0,784	0,04	4	1	4
Pb	mg/l	0,03		0,03		0,023	0,02	0,033	0,023	0,03	0,027	0,0403	0,033	0,023	0,023	0,05	5	1	5
Se	mg/l	0,023		<0,0020		0,058	<0,001	<0,005	0,029	<0,005	0,03	0,0178	<0,03	0,0127	<0,03	0,01	0,7	0,05	0,7
Sb	mg/l	<0,01		<0,005		<0,003	0,003	<0,003	<0,005	0,0043	0,0057	0,0030	<0,03	0,0050	<0,03	0,006	0,5	0,07	0,5
Zn	mg/l	0,156		0,1		0,336	0,39	0,1	0,348	0,25	0,139	0,688	0,674	1,05	0,987	0,4	20	5	20

vzorek 2		označení laboratoře														Vyhláška č.294/2005 Sb			
ukazatelé ve vodném výluhu		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	I	Ila	Ilb	III
As	mg/l	0,01		<0,005		0,011	0,0071	<0,002	0,0103	<0,005	0,006	0,0062	<0,03	0,0062	<0,03	0,05	2,5	0,2	2,5
Ba	mg/l	<0,02		<0,2		0,291	0,21	0,1	0,442	0,16	0,045	0,476	0,418	0,433	0,402	2	30	10	30
Cd	mg/l	<0,001		<0,0005		<0,0002	<0,01	<0,001	<0,0005	0,082	<0,0004	0,00074	<0,005	0,00063	<0,005	0,004	0,5	0,1	0,5
Cr	mg/l	0,027		0,04		0,0463	<0,1	0,048	0,0371	0,007	0,034	0,0948	0,0534	0,0687	0,0744	0,2	10	5	10
Cu	mg/l	0,178		<0,02		0,121	<0,020	0,1	0,0361	0,28	0,38	0,0917	0,0307	0,019	0,0185	0,05	7	1	7
Hg	mg/l	0,0006		<0,0005		<0,0005	-	<0,0003	<0,0003	0,00329	0,0003	0,000505	<0,001	0,000549	<0,001	0,001	0,2	0,02	0,2
Mo	mg/l	0,049		0,01		0,0235	<0,2	0,041	0,0327	0,034	0,072	0,0162	0,015	0,0163	0,0144	0,05	3	1	3
Ni	mg/l	0,527		0,74		0,642	0,415	0,8	0,66	0,066	0,72	0,717	0,631	0,838	0,781	0,04	4	1	4
Pb	mg/l	<0,01		<0,03		0,033	<0,1	<0,005	0,0103	<0,01	0,010	0,0543	0,051	0,037	0,043	0,05	5	1	5
Se	mg/l	0,023		<0,0020		0,057	<0,001	<0,005	0,029	<0,005	0,03	0,0178	<0,03	0,0127	<0,03	0,01	0,7	0,05	0,7
Sb	mg/l	<0,01		<0,005		<0,003	0,003	<0,003	<0,005	0,0043	0,0057	0,0030	<0,03	0,0050	<0,03	0,006	0,5	0,07	0,5
Zn	mg/l	0,145		0,1		0,368	0,293	0,11	0,393	0,45	0,377	0,631	0,577	0,709	0,577	0,4	20	5	20

vysvětlivky: červeně označený výsledek znamená, že při zanedbatelné nejistotě je a zároveň není překročen limit dle tabulky z.1 - třída vyhlášenosti

<0,03

nehodně zvolená mez stanovitelnosti

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení ve vodném výluhu

vzorek 1 + 2								Vyhláška č.294/2005 Sb			
ukazatelé v sušině	označení laboratoře	průměr	medián	směrodatná odchylka	relativní směrodatná odchylka	minimum	maximum	I	IIa	IIb	III
As	mg/l	0,006825	0,00635	0,00281	41,22%	<0,002	<0,03	0,05	2,5	0,2	2,5
Ba	mg/l	0,322	0,303	0,2387	74,14%	<0,02	0,906	2	30	10	30
Cd	mg/l	0,0082	0,001	0,0198	240,81%	<0,002	<0,01	0,004	0,5	0,1	0,5
Cu	mg/l	0,057	0,045	0,0301	52,97%	0,007	<0,1	0,2	10	5	10
Cr	mg/l	0,0996	0,0508	0,0944	94,77%	<0,02	0,38	0,05	7	1	7
Hg	mg/l	0,00714	0,00053	0,02685	376,16%	<0,003	0,13	0,001	0,2	0,02	0,2
Mo	mg/l	0,0305	0,0253	0,0164	53,82%	0,01	<0,2	0,05	3	1	3
Ni	mg/l	0,650	0,708	0,183	28,20%	0,066	0,919	0,04	4	1	4
Pb	mg/l	0,0338	0,02	0,0314	92,88%	<0,005	<0,1	0,05	5	1	5
Se	mg/l	0,0171	0,0127	0,0154	89,65%	<0,001	0,05	0,01	0,7	0,05	0,7
Sb	mg/l	0,00416	0,003715	0,00150	36,00%	0,0023	<0,02	0,006	0,5	0,07	0,5
Zn	mg/l	0,415	0,373	0,268	64,65%	0,1	1,05	0,4	20	5	20

Testování laboratoří

Laboratorní stanovení ve vodném výluhu

ukazatelé ve vodném výluhu	označení laboratoře	preciznost stanovení replikátního vzorku (vzorek 1 a vzorek 2)														relativní směrodatná odchylka výsledků
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	vzorek 1+2
As	-	0,00%		pod mezí		0,00%	7,19%	pod mezí	2,54%	pod mezí	pod mezí	4,19%	pod mezí	9,47%	pod mezí	41,22%
Ba	-	pod mezí		pod mezí		6,74%	pod mezí	44,31%	6,00%	61,49%	pod mezí	24,68%	29,51%	62,61%	57,89%	74,14%
Cd	-	pod mezí		pod mezí		pod mezí	pod mezí	pod mezí	pod mezí	23,22%	pod mezí	75,17%	pod mezí	81,39%	pod mezí	240,81%
Cr	-	3,22%		0,00%		6,34%	pod mezí	13,94%	18,75%	122,10%	5,37%	24,59%	30,87%	47,68%	38,72%	52,97%
Cu	-	16,91%		pod mezí		16,84%	pod mezí	45,95%	20,61%	29,54%	45,78%	70,52%	11,35%	87,44%	64,17%	94,77%
Hg	-	16,11%		pod mezí		-	pod mezí	pod mezí	pod mezí	5,99%	0,00%	97,50%	pod mezí	140,93%	pod mezí	376,16%
Mo	-	3,54%		59,08%		16,42%	pod mezí	6,26%	8,22%	20,34%	9,06%	25,72%	35,45%	14,48%	18,71%	53,82%
Ni	-	2,16%		13,29%		2,66%	5,78%	9,33%	4,12%	122,32%	2,75%	7,23%	11,43%	8,17%	0,34%	28,20%
Pb	-	pod mezí		pod mezí		10,85%	pod mezí	pod mezí	5,72%	pod mezí	9,85%	13,15%	14,12%	88,62%	87,05%	92,88%
Se	-	3,94%		pod mezí		35,45%	pod mezí	pod mezí	8,72%	pod mezí	0,00%	36,65%	pod mezí	0,00%	pod mezí	89,65%
Sb	-	pod mezí		pod mezí		pod mezí	pod mezí	pod mezí	pod mezí	8,57%	9,99%	20,45%	pod mezí	76,59%	pod mezí	36,00%
Zn	-	6,48%		0,00%		8,06%	25,17%	8,44%	10,76%	50,64%	81,75%	7,66%	13,74%	34,36%	46,46%	64,65%

Vysvětlivky:

59,08%

relativní směrodatná odchylka vyjadřující preciznost stanovení v dané laboratoři je vyšší než RSD všech laboratoří

- laboratoř 9 (celkem u 2 stanovení), v laboratořích 13 a 3 (v 1 stanovení).
- Ostatní laboratoře dosahovaly ve dvojici vzorků lepší preciznost, než byla RSD všech laboratoří pro daná stanovení.
- laboratoře 13, 14 a 9 relativní směrodatné odchylky dvojice vzorků poměrně vysoké. To může vypovídat o případné heterogenitě složení vzorku 1 a vzorku 2, které tyto laboratoře obdržely.

Závěr:

- Odlišné postupy zpracování vzorků se podílejí na odchylkách prováděných stanovení mezi jednotlivými laboratořemi (zejména v některých stanoveních při nízké hladině koncentrací)
- Výsledky porovnání ve vztahu k limitním koncentracím lze považovat za velmi uspokojivé (ovšem pouze v případě, že je vyhodnocovaná celá výluhová třída).
- Přestože hodnocený odpad lze považovat za velmi homogenní (s ohledem na prachovitou konzistenci), nelze vyloučit lokální heterogenity. Ty pak mohou významně zkreslit hodnocení předmětného odpadu se všemi důsledky pro původce odpadu.
- vyhodnocení kvality odpadu je nutné provádět vždy na základě dostatečného počtu vzorků a přiměřeně využívat analýzy kontrolní vzorků (proces kontroly kvality).

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Cílem semináře bylo:

- porovnání výsledků odběru vzorků a zkoušek na mikrobiologické ukazatele ve vysušeném kalu z čištění odpadních komunálních vod
- seznámit se s provozem ...

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadů



Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Obsahem testování bylo:

- odběr terénního vzorku a příprava laboratorního směšného vzorku, popř. odběr prostých terénních vzorků, odpadu: kaly z čištění komunálních odpadních vod (kat.č.19 08 05) vzorkovací skupinou participující laboratoře a následným stanovením mikrobiologických ukazatelů (enterokoky a termotolerantní bakterie) v těchto vzorcích participujícími laboratořemi,
- mikrobiologické stanovení ukazatelů (v rozsahu enterokoky a termotolerantní bakterie) v **uměle připravených vzorcích** (naspikované vzorky připravené Státním zdravotním ústavem se sídlem v Praze, Laboratoř hygieny půdy a odpadů) participujícími laboratořemi

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Název laboratoře	Adresa laboratoře
ABITEC, s.r.o.	Radiová 1182/7, 102 31 Praha 10
ALS Czech Republic s.r.o.	Na Harfě 336/9, 190 00 Praha 9
Aquatest a.s.	Geologická 4, 152 00 Praha 5
Bioanalytika CZ, s.r.o.	Píšťovy 820, 537 01 Chrudim
Eko-Lab Žamberk spol. s r.o.	Zemědělská 1004, 564 01 Žamberk
Orlická laboratoř s.r.o.	Lhotka 219, 560 03 Česká Třebová
Severočeské vodovody a kanalizace, a.s.	Přítkovská 1689, 415 50 Teplice
Státní zdravotní ústav se sídlem v Praze, NRC pro hygienu půdy a odpadu	Šrobárova 48, 100 42 Praha 10
Zdravotní ústav se sídlem v Ostravě	Partyzánské náměstí č.7, 702 00 Ostrava

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

označení laboratoře	směsný vzorek								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
počet dílčích vzorků	5	6	6	6	8	8	5	5	neuveďeno
hloubka odběru	0 až 0,4 m	povrchový odběr (3 dílčí vzorky) hloubkový odběr (3 dílčí vzorky) hloubka neuveďena	0 až 0,8 m	neuveďeno	neuveďeno	0 až 1 m	0 - 0,1 m (2 dílčí vzorky) 0 - 1 m (3 dílčí vzorky)	vzorky odebrány jiným subjektem	neuveďeno
vzorkovací zařízení	vzorkovací lopatka	neuveďeno	žlábkový vzorkovač	Edelmanův vzorkovač	neuveďeno	žlábkový vzorkovač	neuveďeno		půdní vrták, PE lopatka
úprava	terénní homogenizace	neuveďeno	terénní homogenizace	neuveďeno	neuveďeno	neuveďeno	neuveďeno		homogenizace, kvartace
vzorkovnice	LDPE pytlík	neuveďeno	sklo, sterilizovaná	plast sáček	neuveďeno	sklo, sterilizovaná	neuveďeno		PE sáček
schéma bodů odběru	nákres	neuveďeno	nákres	nespecifikováno	nákres	nespecifikováno	nákres		nespecifikováno
dodání do laboratoře	uveden datum i čas	uveden jen datum	uvedeno ne zcela jasně	uveden datum i čas	uveden datum i čas	neuveďeno	neuveďeno		uveden datum i čas
odkaz na SOP	ANO	NE (odkaz na operativní řízení jakosti)	ANO	ANO	ANO	ANO	NE		ANO
poznámka	v dokumentaci rozpor v uváděných hloubkách odběru	v dokumentaci není uvedena hloubka odběru a vzorkovací zařízení a způsob přípravy směsného vzorku	v dokumentaci není jasně uvedeno předání vzorku do laboratoře	v dokumentaci není uvedena hloubka odběru, způsob přípravy směsného vzorku	v dokumentaci chybějí výše uvedené údaje	v dokumentaci chybějí výše uvedené údaje	nebyl vypracován standardní protokol o odběru		vzorek nebyl analyticky zpracován

Parametr		označení laboratoře	naspikovaný vzorek					
			1		2		3	
enterokoky	naměřená hodnota	KTJ/g	3,10E+05	3,50E+05	<50	8,70E+05	6,40E+04	6,70E+04
	spike	KTJ/g	3,70E+05	3,70E+05	<50	3,70E+05	3,70E+05	3,70E+05
	odchylka od spike	%	-1,38%	-0,43%	0,00%	6,67%	-13,69%	-13,33%
termotolerantní bct	naměřená hodnota	KTJ/g	6,80E+04	6,20E+04	<50	1,70E+05	7,00E+04	8,50E+04
	spike	KTJ/g	4,70E+05	4,70E+05	<50	4,70E+05	4,70E+05	4,70E+05
	odchylka od spike	%	-14,80%	-15,51%	0,00%	-7,79%	-14,58%	-13,09%

Parametr		označení laboratoře	naspikovaný vzorek					
			4		5		6	
enterokoky	naměřená hodnota	KTJ/g	3,98E+05	2,84E+05	<50	<50	4,90E+05	<50
	spike	KTJ/g	3,70E+05	3,70E+05	<50	3,70E+05	3,70E+05	<50
	odchylka od spike	%	0,57%	-2,06%	0,00%	-69,49%	2,19%	0,00%
termotolerantní bct	naměřená hodnota	KTJ/g	1,26E+05	1,27E+05	<50	1,90E+05	2,80E+05	<50
	spike	KTJ/g	4,70E+05	4,70E+05	<50	4,70E+05	4,70E+05	<50
	odchylka od spike	%	-10,08%	-10,02%	0,00%	-6,93%	-3,97%	0,00%

Parametr		označení laboratoře	naspikovaný vzorek					
			7		8			
enterokoky	naměřená hodnota	KTJ/g	3,70E+05	4,00E+05	1,40E+05	1,90E+05	<50	1,40E+05
	spike	KTJ/g	3,70E+05	3,70E+05	3,70E+05	3,70E+05	<50	3,70E+05
	odchylka od spike	%	0,00%	0,61%	-7,58%	-5,20%	0,00%	-7,58%
termotolerantní bct	naměřená hodnota	KTJ/g	9,50E+04	8,60E+04	3,00E+05	3,20E+05	<50	3,00E+05
	spike	KTJ/g	4,70E+05	4,70E+05	4,70E+05	4,70E+05	<50	4,70E+05
	odchylka od spike	%	-12,24%	-13,00%	-3,44%	-2,94%	0,00%	-3,44%

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Stanovení mikrobiologických ukazatelů ve směsném vzorku kalu:

parametr	typ vzorku	směsný vzorek							
	označení laboratoře	1	2	3	4	5	6	7	8
počet dílčích vzorků	ks	5	6	6	6	8	8	5	5
sušina	%	23,90	23,75	29,77	22,50	23,75	24,50	23,91	23,92
enterokoky	KTJ/g suš.	1,04E+04	3,20E+07	3,19E+03	4,14E+05	1,18E+04	4,49E+03	1,21E+04	5,43E+03
termotolerantní bct	KTJ/g suš.	4,60E+06	5,69E+06	3,69E+05	1,19E+06	8,42E+06	2,65E+06	<2,09E+02	1,30E+06

parametr	Vyhláška 382/2001 Sb.	
	kategorie kalu	
počet dílčích vzorků	I	II
sušina		
enterokoky	$<10^3$	$10^3 - 10^6$
termotolerantní bct	$<10^3$	$10^3 - 10^6$

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Stanovení mikrobiologických ukazatelů ve směsném vzorku kalu:

parametr	typ vzorku	směsný vzorek							
	označení laboratoře	1	2	3	4	5	6	7	8
počet dílčích vzorků	ks	5	6	6	6	8	8	5	5
sušina	%	23,90	23,75	29,77	22,50	23,75	24,50	23,91	23,92
enterokoky	KTJ/g suš.	1,04E+04	3,20E+07	3,19E+03	4,14E+05	1,18E+04	4,49E+03	1,21E+04	5,43E+03
termotolerantní bct	KTJ/g suš.	4,60E+06	5,69E+06	3,69E+05	1,19E+06	8,42E+06	2,65E+06	<2,09E+02	1,30E+06

- stanovení enterokoků: vzorkovaný kal je možné na základě výsledků zkoušek všech laboratoří zařadit shodně (s výjimkou laboratoře 2) jako kal kategorie II,
- stanovení termotolerantních bakterií: s výjimkou laboratoře 3 a laboratoře 7 je vzorkovaný kal na základě výsledků zkoušek zařazen shodně – kal nevyhovuje požadavkům pro použití na zemědělskou půdu

Vzorkování kalů z čištění komunálních

parametr	typ vzorku	prosté vzorky							
	označení laboratoře	1					3		
	název vzorku	1	2	3	4	5	1	2	
sušina	%	23,9	23,8	23,8	23,9	23,9	29,57	30,82	
enterokoky	KTJ/g	1,50E+03	1,40E+03	1,60E+03	1,50E+03	1,80E+03	8,20E+02	3,40E+02	
termotolerantní bct	KTJ/g	1,90E+06	1,50E+06	1,80E+06	1,80E+06	3,30E+06	8,90E+04	7,70E+04	

parametr	typ vzorku	prosté vzorky									
	označení laboratoře	5					6				
	název vzorku	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
sušina	%						24,1	24	26,5	25	24,5
enterokoky	KTJ/g	2,00E+03	2,50E+03	4,30E+03	3,10E+03	2,60E+03	1,00E+03	1,70E+03	1,10E+03	1,00E+03	1,10E+03
termotolerantní bct	KTJ/g	2,40E+06	2,10E+06	2,20E+06	1,00E+06	3,00E+06	6,30E+05	6,00E+05	6,00E+05	6,80E+05	6,60E+05

parametr	typ vzorku	prosté vzorky									
	označení laboratoře	7					8				
	název vzorku	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
sušina	%	23,47	23,48	23,31	23,74	23,81	23,83	23,41	23,44	23,32	24,12
enterokoky	KTJ/g	2,41E+03	2,10E+03	2,00E+03	2,00E+03	1,80E+03	2,40E+03	1,50E+03	1,70E+03	1,50E+03	2,00E+03
termotolerantní bct	KTJ/g	<50	<50	<50	<50	<50	2,40E+05	3,50E+05	2,00E+05	2,40E+05	1,70E+05

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Stanovení mikrobiologických ukazatelů v prostých vzorcích kalu:

parametr	typ vzorku	prosté vzorky		poznámka
	počet vzorků	27		
	statistická veličina	průměrná hodnota	relativní směrodatná odchylka	
sušina	%	23,97	3,01%	bez laboratoře 3
enterokoky	KTJ/g	1,64E+03	6,53%	
termotolerantní bct	KTJ/g	7,07E+05	8,51%	bez laboratoře 7

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

parametr	typ vzorku	směsný vzorek							
	označení laboratoře	1	2	3	4	5	6	7	8
počet dílčích vzorků	ks	5	6	6	6	8	8	5	5
sušina	%	23,90	23,75	29,77	22,50	23,75	24,50	23,91	23,92
enterokoky	KTJ/g suš.	1,04E+04	3,20E+07	3,19E+03	4,14E+05	1,18E+04	4,49E+03	1,21E+04	5,43E+03
termotolerantní bct	KTJ/g suš.	4,60E+06	5,69E+06	3,69E+05	1,19E+06	8,42E+06	2,65E+06	<2,09E+02	1,30E+06

parametr	typ vzorku	průměrné hodnoty z prostých vzorků							
	označení laboratoře	1	2	3	4	5	6	7	8
počet dílčích vzorků	ks	5	-	2	-	5	5	5	5
sušina	%	23,90	-	29,77	-	23,75	24,50	23,91	23,92
enterokoky	KTJ/g suš.	6,50E+03	-	1,77E+03	-	1,18E+04	4,71E+03	8,58E+03	7,48E+03
termotolerantní bct	KTJ/g suš.	8,28E+06	-	2,78E+05	-	8,49E+06	2,58E+06	<2,09E+02	9,74E+05

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Doporučení pro vzorkování

- Velikou pozornost je nutné věnovat podmínkám uchování vzorku při manipulaci, dopravě a při dalším nakládání se vzorkem. Vzorky **na mikrobiologická stanovení musí být uchovávány v teplotě 2 až 5°C**, při dodržení těchto teplot jsou vzorky dostatečně stabilizovány a nehrozí poškození (změny) mikrobiologických vlastností vzorků.
- **Zamrazení vzorku** může způsobit úhyn mikroorganismů, naopak **vyšší teploty** než doporučené rozmezí 2 až 5°C, může vyvolat namnožení mikroorganismů a tím i neobjektivitu výsledků zkoušek.

Vzorkování kalů z čištění komunálních odpadních vod – Sčvk a.s. Liberec

Doporučení pro vzorkování

- Míra heterogenity vzorkovaného materiálu má obecně při vzorkování zásadní vliv na výběr vzorkovacího schématu (počet a umístění vzorků) a na reprezentativnost vzorkování. Proměnlivost mikrobiologických parametrů úzce souvisí s procesem vzniku odpadu a se stářím odpadu. Pokud **je míra heterogenity neznámá, nelze hodnocení testovaného odpadu na základě 1 směsného vzorku považovat za spolehlivé.**

A man with a beard, wearing a black long-sleeved shirt and a bright yellow high-visibility vest with orange reflective stripes, is kneeling outdoors. He is focused on a large black plastic bin, using a small tool to work inside. To his right, a brown chicken is pecking at the ground. The background consists of a rocky, uneven terrain with some wooden planks and a tire. A pink vertical pole is visible in the background. The overall scene suggests a rural or agricultural setting.

Děkuji za Vaši pozornost!!!

Petr Kohout