

METODICKÉ POKYNY

9.

Metodický pokyn odboru odpadů Ministerstva životního prostředí k hodnocení vyluhovatelnosti odpadů

OBSAH

1	PŘEDMLUVA13
2	ÚVOD13
2.1	Oblast použití13
2.2	Použité podklady14
2.2.1	Související právní předpisy14
2.2.2	Související technické normy14
2.2.3	Ostatní14
2.3	Termíny, definice a zkratky15
3	PŘÍPRAVA VODNÉHO VÝLUHU16
3.1	Podstata zkoušky16
3.2	Přístroje a pomůcky16
3.3	Schéma postupu přípravy vodného výluhu16
3.4	Předběžná úprava vzorku16
3.5	Postup přípravy vodného výluhu16
3.5.1	Stanovení podílu sušiny a hmotnosti analytického vzorku16
3.5.2	Vyluhování odpadu vodou (příprava cca 1 l výluhu)17
3.5.3	Oddělení kapalně a pevné fáze18
3.6	Analýza výluhu a vyjadřování výsledků18
3.7	Zabezpečení a řízení jakosti18
4	DOKUMENTACE PŘÍPRAVY VÝLUHU18
4.1	Obsah Záznamu o přípravě vodného výluhu19
5	DOKUMENTACE VÝSLEDKŮ19
6	LIMITNÍ HODNOTY UKAZATELŮ – INTERPRETACE VÝSLEDKŮ ZKOUŠEK19
	PŘÍLOHA Č. 1 SCHÉMA POSTUPU PŘÍPRAVY VÝLUHU21
	PŘÍLOHA Č. 2 TABULKA HODNOT DR, M, LA23
	PŘÍLOHA Č. 3 ANALYTICKÉ METODY PRO ROZBORY VODNÝCH VÝLUHŮ24
	PŘÍLOHA Č. 4 SCHÉMA HODNOCENÍ VÝSLEDKŮ26

1 PŘEDMLUVA

Ministerstvo životního prostředí, vědomo si požadavku na dosažení co nejvyšší shodnosti postupů používaných při stanovení vyluhovatelnosti odpadů, vydává tento metodický pokyn. Jeho vydáním končí platnost Metodického pokynu pro stanovení vyluhovatelnosti odpadů, který byl zveřejněn v příloze Zpravodaje MŽP, číslo 9 v září 1998 a vycházel z právní úpravy v souladu se zákonem č. 125/1997 Sb., o odpadech, ve znění pozdějších předpisů.

Metodický pokyn přináší podrobnosti navazující na ustanovení § 10 – 12 a zvláště na ustanovení přílohy č. 4 vyhlášky Ministerstva životního prostředí č. 383/2001 Sb., o podrobnostech nakládání s odpady, vydané k provedení zákona č. 185/2001 Sb., o odpadech a o změně některých dalších zákonů, ve znění pozdějších předpisů (dále jen zákon). V metodickém pokynu jsou zohledněny a ujasněny i požadavky vyhlášky Ministerstva životního prostředí č. 376/2001 Sb., o hodnocení nebezpečných vlastností odpadů, týkající se hodnocení nebezpečných vlastností H13 a H14.

Metodický pokyn je vydáván s cílem sjednotit výklad některých ustanovení přílohy č. 4 citované vyhlášky a konkretizovat podrobnosti související s jejím praktickým uplatňováním.

V metodickém pokynu jsou blíže rozpracovány zejména postupy přípravy vodného výluhu odpadů a požadavky na jejich dokumentování. Uvedený postup není dosud v ČR normalizován.

Mimo zkušeností získaných při aplikaci metodického pokynu, jež je tímto metodickým pokynem nahrazován, byla při jeho přípravě zohledněna vybraná ustanovení návrhu normy prEN 12457 z roku 1999.

2 ÚVOD

Metodický pokyn obsahuje podrobnosti k vybraným ustanovením obecně závazných předpisů citovaných v předmluvě.

2.1 Oblast použití

Metodický pokyn je určen pracovníkům správních úřadů, pracovníkům laboratoří, osobám pověřeným k hodnocení nebezpečných vlastností odpadu a rovněž osobám, jejichž pracovní náplň a rozhodování je ovlivňováno ustanoveními zákona a předpisů vydaných k jeho provedení.

Využití pokynu je doporučeno zejména při:

- laboratorních postupech přípravy vodného výluhu odpadů,
- stanovení tříd vyluhovatelnosti k posuzování odpadů z hlediska naplnění kritérií stanovených pro jejich odstraňování uložením na skládky odpadů nebo pro jejich využívání do rekultivační vrstvy skládek nebo umístěním do podzemních prostor a na povrch terénu v souladu s požadavky vyhlášky č. 383/2001 Sb.,
- hodnocení nebezpečných vlastností odpadů H13 a H14 v souladu s požadavky vyhlášky č. 376/2001 Sb.,
- posuzování správnosti postupů pro získání vodného výluhu odpadu a stanovení třídy vyluhovatelnosti nebo hodnocení nebezpečných vlastností odpadů H13 a H14, včetně obsahu příslušné dokumentace,
- při odběrech vzorků odpadů.

Metodický pokyn je platný pro zjišťování vyluhovatelnosti pevných odpadů, u nichž je nutné rozhodnout o jejich přítomnosti na jednotlivé skupiny skládek a/nebo o přítomnosti nebezpečné vlastnosti H13 a H14.

Metodický pokyn nelze využívat pro zjišťování výluhových tříd odpadů, které je zakázáno ukládat na skládky všech skupin v souladu s přílohou č. 8 k vyhlášce č. 383/2001 Sb., a zejména pro:

- kapalně odpady,
- kaly, které sedimentací uvolňují kapalnou fázi,
- pro odpady, které neuvolňují při přípravě výluhu dostatečné množství kapalně fáze pro požadované analýzy (např. gelující látky),
- odpady, z nichž nelze připravit reprezentativní analytický vzorek pro přípravu výluhu (§ 11, odst. 5, písm. b) vyhlášky č. 383/2001 Sb.).

Pro hodnocení nebezpečných vlastností H13 a H14 se kapalně odpad, pokud jeho základní složkou je voda, považuje za výluh připravený k analytickým zkouškám nebo k ekotoxikologickému testování. V případě, že jde o jinou kapalinu, než je voda, postupuje se v souladu s požadavky zvláštního předpisu (zákonu č. 157/1998 Sb., o chemických látkách a přípravcích, ve znění pozdějších předpisů).

Kapalně odpad je nutné hodnotit podle kritérií platných pro odpady. V případě, že se nebezpečné vlastnosti H13 a H14 posuzují u kalu, který uvolňuje kapalnou fázi, hodnotí se postupem stanoveným pro hodnocení nebezpečných vlastností kapalně i pevně fáze samostatně. Pro vyloučení nebezpečné vlastnosti u dotčeného odpadu je nutné vyloučit nebezpečnou vlastnost u kapalně i pevně fáze.

V případě pochybností o možnosti odebrat reprezentativní vzorek pro přípravu výluhu rozhodne o této skutečnosti osoba oprávněná k odběru vzorků odpadů vždy ve spolupráci s analytickou laboratoří.

Pokud není možno použít postup pro přípravu výluhu podle tohoto metodického pokynu, stanoví postup přípravy výluhu (pro hodnocení nebezpečných vlastností H13 a H14) analytická laboratoř ve spolupráci s osobou pověřenou k hodnocení nebezpečných vlastností odpadů podle § 7 odst. 2 zákona. Tyto skutečnosti musí být uvedeny v příslušném Protokolu o zkoušce.

2.2 Použité podklady

2.2.1 Související právní předpisy

Zákon č.185/2001 Sb., o odpadech a o změně některých dalších zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

Vyhláška Ministerstva životního prostředí a Ministerstva zdravotnictví č. 376/2001 Sb., o hodnocení nebezpečných vlastností odpadů.

Vyhláška Ministerstva životního prostředí č. 381/2001 Sb., kterou se stanoví Katalog odpadů, Seznam nebezpečných odpadů a seznamy odpadů a států pro účely vývozu, dovozu a tranzitu odpadů a postup při udělování souhlasu k vývozu, dovozu a tranzitu odpadů (Katalog odpadů).

Vyhláška Ministerstva životního prostředí č. 383/2001 Sb., o podrobnostech nakládání s odpady.

Zákon č. 254/2001 Sb., o vodách a o změně některých zákonů (vodní zákon).

2.2.2 Související technické normy

Mimo normy citované v souvisejících právních předpisech jde zejména o normy

ČSN 018003 Zásady pro bezpečnou práci v chemických laboratořích.

ČSN 015110 Vzorování materiálů. Základní ustanovení.

ČSN 838001 Názvosloví odpadů.

ČSN ISO 3696 Jakost vody pro analytické účely. Specifikace a zkušební metody.

ČSN ISO 11465 Kvalita půdy. Stanovení hmotnostního podílu sušiny a hmotnostní vlhkosti půdy. Gravimetrická metoda.

ČSN EN ISO 5667-3 Jakost vod. Odběr vzorků. Část 3: Pokyny pro konzervaci vzorků a manipulaci s nimi.

2.2.3 Ostatní

prEN 12457:1999 Characterisation of waste – Leaching – Compliance test for leaching of granular waste materials and sludges:

Part 1: One stage batch test at a liquid to solid ratio of 2 l/kg with particle size below 4 mm (without or with size reduction)

Part 2: One stage batch test at a liquid to solid ratio of 10 l/kg with particle size below 4 mm (without or with size reduction)

Part 3: Two-stage batch test at a liquid to solid ratio of 2 l/kg and 8 l/kg with particle size below 4 mm (without or with size reduction)

Part 4: One-stage batch test at a liquid to solid ratio of 10 l/kg with particle size below 10 mm (without or with size reduction).

ÖNORM S 2072 Eluatklassen (Gefährungspotential) von Abfällen, 1990.

DIN 38414 – S4 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung Schlamm und Sedimente (Gruppe S) Teil 4: Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4), 1984.

NF X 31 – 210 Déchets. Essai de lixiviation, 1992.

Metodický pokyn pro stanovení vyluhovatelnosti odpadů. Příloha Zpravodaje MŽP, číslo 9, září 1998.

Metodický návod k ekotoxikologickému testování vodných výluhů připravených z odpadů. Zpravodaj MŽP, číslo 12, Praha 1998.

Metodický pokyn Ministerstva životního prostředí Vzorování odpadů. Věstník MŽP, ročník XI, částka 5, květen 2001.

Kvalimetrie IV. Zásady správného odběru vzorků pro analýzy životního prostředí. EURACHEM-ČR, Praha 1995.

Kvalimetrie XI. Stanovení nejistoty analytického měření. EURACHEM-ČR, Praha 2001.

2.3 Termíny, definice a zkratky

Termíny a jejich definice používané pro účely tohoto metodického pokynu jsou převzaty ze souvisejících právních předpisů a technických norem. Pro potřeby metodického pokynu jsou některé z nich blíže vysvětleny a jejich výběr byl doplněn.

Vodný výluh – výluh, který byl připraven ze vzorku odpadu podle stanoveného postupu vyluhování odpadů ve vodě (získaný při zkoušce vyluhovatelnosti vodou). Postup přípravy vodného výluhu je podrobně upraven tímto pokynem.

Výluhové třídy – třídy vyluhovatelnosti odpadů vodou, tj. množiny limitních hodnot ukazatelů vybraných chemických látek (škodlivin) uvolněných do prvního vodného výluhu. Limitní hodnoty představují nejvyšší přípustné hodnoty koncentrací těchto látek pro jednotlivé třídy vyluhovatelnosti (s výjimkou ekotoxicity, která naopak představuje nejnižší přípustnou hodnotu).

První vodný výluh – výluh, který byl připraven ze vzorku pevného odpadu (analytického vzorku) podle stanoveného postupu vyluhování odpadu ve vodě, přičemž příslušný vzorek odpadu je podroben tomuto postupu poprvé.

Poměr kapalně fáze (liquidus): pevné fázi (solidus) (L/S) – poměr celkového množství vody **L** [l], která slouží při přípravě vodného výluhu jako rozpouštědlo, k celkovému množství vzorku odpadu **S** [kg sušiny], který je podrobován účinkům vody. Navážka vzorku odpadu je přeočtena na sušinu při 105 °C. Do množství vody **L** je započítána vlhkost vzorku odpadu stanovená jako ztráta sušením. Pro potřeby přípravy vodného výluhu je **L/S** předepsán 10/1 [l]/[kg].

Pevný odpad – odpad, který si jako celek a nebo jako jeho jednotlivé části (např. pevný sypký odpad) uchovává svůj tvar a objem za normálních atmosférických podmínek.

Kapalný odpad – odpad ve skupenství kapalném, který za normálních atmosférických podmínek po umístění do nádoby vytvoří hladinu a po opuštění nádoby si nezachová tvar nádoby (přičemž nejde o pevný sypký odpad).

Kal – směs kapalin a pevných částic (směs kapalných a pevných odpadů oddělených z různých typů kapalin jako výsledek přírodních nebo umělých procesů). V případě pochybností, zda kal sedimentací uvolňuje kapalnou fázi, se postupuje podle následujícího návodu: Kal se umístí do skleněné válcovité nádoby o průměru větším než 30 mm (např. odměrný válec) tak, že jeho vrstva v nádobě je vyšší než 10 cm. Nádoba se ponechá stát otevřená při teplotě okolí 5 – 25 °C a tlaku odpovídajícím atmosférickému tlaku po dobu jedné hodiny. Pokud za popsaných podmínek dojde k vizuálně sledovatelnému oddělení kapalně a pevně fáze v nádobě, je kal považován za odpad, který sedimentací uvolňuje kapalnou fázi.

Pověřená osoba – právnická osoba nebo fyzická osoba pověřená Ministerstvem životního prostředí nebo Ministerstvem zdravotnictví k hodnocení příslušných nebezpečných vlastností odpadů. Pověřená osoba je osobou oprávněnou k odběru vzorků odpadu pro hodnocení jejich nebezpečných vlastností (viz § 5, odst. 4 vyhlášky č. 376/2001 Sb.).

Osoba oprávněná k odběru vzorků odpadů

- odstraňovaných uložením na skládky odpadů a/nebo využívaných při rekultivaci skládek nebo umístěním do podzemních prostor a na povrch terénu – osoba, která splňuje požadavek přílohy č. 4 k vyhlášce č. 383/2001 Sb., je osobou proškolenou a přezkoušenou k odběru vzorků odpadů,
- pro hodnocení nebezpečných vlastností odpadů – osoba, která splňuje požadavek § 5, odst. 4 vyhlášky č. 376/2001 Sb., je osobou, která absolvovala školení pro hodnocení nebezpečných vlastností odpadů, jehož náplň schválilo Ministerstvo životního prostředí nebo Ministerstvo zdravotnictví.

Laboratorní vzorek – reprezentativní vzorek odpadu o hmotnosti nejméně 2 kg, odebraný osobou oprávněnou k odběru vzorků odpadů a dodaný do laboratoře spolu s příslušným Protokolem o odběru vzorku odpadu (viz příloha č. 5 vyhlášky č. 376/2001 Sb.).

Zkušební vzorek – vzorek připravený z laboratorního vzorku stanovenými postupy na předepsanou zrnitost (např. sušením, drcením, síťováním), ze kterého se dále odebírají analytické vzorky.

Analytický vzorek – vzorek odebraný ze zkušebního vzorku a určený pro přípravu vodného výluhu nebo k dalším laboratorním postupům.

Podíl sušiny ve vzorku (DR) – poměr hmotnosti analytického vzorku odpadu vysušeného při 105 °C ku hmotnosti téhož analytického vzorku odpadu před vysušením (ve stavu zkušebního vzorku), uvádí se v procentech.

Voda – pro potřeby metodického pokynu jde o destilovanou, demineralizovanou nebo deionizovanou vodu odpovídající 3. stupni jakosti podle ČSN ISO 3696 (5 < pH < 7,5), o konduktivitě < 0,5 mS/m.

Nejistota – pro potřeby tohoto metodického pokynu se rozumí rozšířená nejistota, zahrnuje příspěvek nejistoty analytického měření a příspěvek nejistoty přípravy výluhu.

DR – podíl sušiny v analytickém vzorku [%],

M_D – hmotnost vysušeného vzorku [kg],

M_W – navážka analytického vzorku odpadu [kg],

M – hmotnost analytického vzorku odpadu pro přípravu vodného výluhu [kg],

- M_T – teoretická navážka sušiny analytického vzorku [kg],
 L_A – množství přidané vody [l],
 ρ_{H_2O} – hustota vody (pro účely stanovení vyluhovatelnosti je rovna 1 kg/l),
 V_E – celkové množství vodného výluhu [l].

3 PŘÍPRAVA VODNÉHO VÝLUHU

3.1 Podstata zkoušky

Prvním krokem přípravy vodného výluhu je ověření vlastností odpadu ve vztahu k omezením platným pro použití tohoto metodického pokynu (viz část 2.1).

Následně je vzorek pevného odpadu (analytický vzorek o zrnitosti menší než 4 mm) za definovaných podmínek vyluhován vodou. Postup je založen na předpokladu, že se v průběhu zkoušky dosáhne úplné nebo přibližné rovnováhy mezi ve vodě rozpuštěnou a pevnou fází jednotlivých složek obsažených v odpadu. Pevná fáze (nerozpuštěné složky) je následně odstraněna filtrací. S filtrátem se dále zachází jako se vzorkem vody (podle ČSN EN ISO 5667-3) a sledované ukazatele se stanovují metodami uvedenými v příloze č. 5 vyhlášky č. 383/2001 Sb.

3.2 Přístroje a pomůcky

Obvyklé laboratorní vybavení a dále:

Třepačka – zajišťující plynulé otáčení vzorkovnice s vodou a analytickým vzorkem způsobem „hlava – pata“ rychlostí 5 až 10 otáček za minutu.

Filtrační zařízení – umožňující použití inertních membránových filtrů o střední velikosti pórů 0,45 μm (pro ekotoxikologické testy 5 μm). Lze použít podtlakové nebo přetlakové zařízení (pro analýzu těkavých látek se dává přednost přetlakovému zařízení).

Drtič vzorků – nelze-li použít misku s tloučkem, je vhodný např. čelistový drtič nebo řezací zařízení. Materiál čelistí musí být volen tak, aby jeho otěr neovlivnil stanovení dotčených ukazatelů.

Sítovací zařízení – se sítím(-y) z inertního materiálu s velikostí ok 4 mm.

Odstředivka – zajišťující zpracování vzorku s využitím odstředivé síly 3 000 – 4 000 g.

Dělič vzorků – pro dělení zkušební vzorku na duplicitní analytické vzorky.

Laboratorní sušárna – s nastavitelnou teplotou (35 až 105 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$).

Vzorkovnice – materiál sklo, plast, v souladu s ČSN EN ISO 5667-3.

3.3 Schéma postupu přípravy vodného výluhu

Schéma postupu přípravy výluhu je uvedeno v příloze č. 1 tohoto metodického pokynu.

3.4 Předběžná úprava vzorku

Zjistí se hmotnost laboratorního vzorku. V případě vzorku s částicemi většími než 4 mm se celý laboratorní vzorek proseje sítí. V případě, že se laboratorní vzorek musí pro umožnění sítování sušit, nesmí teplota sušícího vzduchu (respektive upravovaného vzorku) překročit 40 $^{\circ}\text{C}$. Pokud zbytek na sítě (nadsítná frakce) činí více než 5 % hmotnosti laboratorního vzorku, rozdrtí se a znovu proseje. Pokud je zbytek na sítě menší než uvedených 5 %, odstraní se a do dalšího postupu již nevstupuje. Velikost zbytku na sítě se zaznamenává do příslušné dokumentace. Jakékoliv způsoby mletí vzorku jsou nepřijatelné. Pružné a plastické odpady (např. vláknité odpady, pryž a plasty) mohou být drceny po kryogenní úpravě. Obtížně drtitelný a nedrtitelný odpad (např. kovové součásti jako matice, šrouby) se z dalšího procesu odstraní a v příslušné dokumentaci se zaznamená jeho druh a hmotnost. Použitý postup úpravy zrnitosti musí být dokumentován zápisem v příslušné dokumentaci. Zkušební vzorek se připraví homogenizací všech postupně získávaných podsítných podílů. Výsledkem úpravy laboratorního vzorku je získání zkušební vzorku.

3.5 Postup přípravy vodného výluhu

Výluh se připravuje z analytického vzorku odpadu. Vlastní přípravě výluhu předchází stanovení podílu sušiny (**DR**) v samostatném analytickém vzorku. Do příslušné vzorkovnice se naváže takové množství analytického vzorku, aby po doplnění vody byl ve vzorkovnici poměr vody a pevné fáze odpadu (v přepočtu na vysušený vzorek) **L/S** 10/1. Kvalita kapalná fáze obsažená v odpadu se nezjišťuje a má se za to, že odpovídá vodě. Vzorkovnice se po naplnění vzorkem a vodou uzavře a umístí do třepačky.

3.5.1 Stanovení podílu sušiny a hmotnosti analytického vzorku

Stanovení podílu sušiny v analytickém vzorku se musí provádět při teplotě 105 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ v souladu s postupy podle ČSN

ISO 11465 a podíl sušiny v analytickém vzorku se vypočte z rovnice (1):

$$DR = 100 \frac{M_D}{M_W}, \quad (1)$$

kde DR je podíl sušiny v analytickém vzorku v [%],
 M_D je hmotnost vysušeného analytického vzorku v [kg],
 M_W je navážka analytického vzorku odpadu pro stanovení podílu sušiny v [kg].

Příklad:

$$M_D = 0,008 \text{ kg}$$

$$M_W = 0,010 \text{ kg}$$

$$D_R = 100 \times (0,008/0,010)$$

$$D_R = 80 \%$$

Pro přípravu cca 1 litru vodného výluhu se ze zkušební vzorku připraví analytický vzorek o celkové hmotnosti M vypočtené podle rovnice (2), obsahující $0,1 \text{ kg} \pm 0,005 \text{ kg}$ sušiny M_T (váženo s přesností $0,0001 \text{ kg}$).

$$M = 100 \frac{M_T}{DR}, \quad (2)$$

kde M je hmotnost analytického vzorku odpadu pro přípravu vodného výluhu v [kg],
 M_T je teoretická navážka sušiny analytického vzorku v [kg],
v daném případě pro 1 l vody je $M_T = 0,100 \text{ kg}$,
 DR je podíl sušiny v analytickém vzorku v [%].

Příklad:

$$M_T = 0,100 \text{ kg}$$

$$DR = 80 \%$$

$$M = 100 \times (0,100/80)$$

$$M = 0,125 \text{ kg}$$

Příklady vypočtených hodnot jsou uvedeny v příloze č. 2 tohoto metodického pokynu.

3.5.2 Vyluhování odpadu vodou (příprava cca 1 l výluhu)

Teplota vody použité pro přípravu výluhu musí být po celou dobu vyluhování udržována mezi 15 až 25 °C.

Analytický vzorek o hmotnosti M odpovídající hmotnosti sušiny $M_T = 0,100 \text{ kg}$ (podle rovnice (2)) se vloží do vzorkovnice a přidá se k němu takové množství vody L_A , vypočtené podle rovnice (3), aby poměr L/S byl $10/1$. Celkové množství vody L je součtem přídatku vody L_A a vlhkosti obsažené ve vzorku odpadu. Množství vody L_A se dávákuje s přesností $\pm 5 \%$ objemových z celkového množství L_A .

$$L_A = M_T \frac{11 - 100 / DR}{\rho_{H_2O}}, \quad (3)$$

kde L_A je množství přidané vody v [l],
 M_T je teoretická navážka sušiny analytického vzorku v [kg]
(pro cca 1 l výluhu je $M_T = 0,100 \text{ kg}$),
 DR je podíl sušiny v analytickém vzorku v [%],
 ρ_{H_2O} je hustota vody (pro účely stanovení vyluhovatelnosti je rovna 1 kg/l).

Příklad:

$$M_T = 0,100 \text{ kg}$$

$$DR = 80 \%$$

$$\rho_{\text{H}_2\text{O}} = 1 \text{ kg/l}$$

$$L_A = [0,100 \times (11 - 100/80)]/1$$

$$L_A = 0,100 \times (11 - 1,25)$$

$$L_A = 0,975 \text{ l}$$

Uzavřená vzorkovnice se upne do třepačky. Vyluhování se provádí při plynulém otáčení nádoby se vzorkem a vodou způsobem „hlava – pata“ rychlostí 5 – 10 otáček za minutu po dobu 24 hodin \pm 0,5 hodiny.

3.5.3 Oddělení kapalné a pevné fáze

Po ukončení otáčivého pohybu vzorkovnice v třepačce se její obsah nechá sedimentovat po dobu 15 minut (\pm 5 minut). Následně se vodný výluh slije a pokud je to třeba, upraví se odstředěním a předběžnou filtrací přes filtr s větší porózitou (např. papírový filtr) tak, aby mohl být výluh přefiltrován přes membránový filtr o velikosti pórů 0,45 μm . Způsob oddělení pevných látek z výluhu se dokumentuje zápisem v příslušné dokumentaci.

Pro ekotoxikologické testy se výluh filtruje přes papírové filtry o střední velikosti pórů 5 μm .

Po filtraci není dovoleno promývání filtrů vodou nebo jinými rozpouštědly, které by následně vstupovaly do filtrátu.

U získaného výluhu se změří jeho celkový objem V_E . Stanovení ukazatelů konduktivity a pH se provádí neprodleně po získání výluhu. Zjištěné hodnoty uvedených ukazatelů se zaznamenávají do příslušné dokumentace.

Výluh se rozdělí na odpovídající počet dílčích analytických vzorků pro příslušné chemické analýzy a s nimi se dále nakládá podle ČSN ISO 5667-3.

3.6 Analýza výluhu a vyjadřování výsledků

Výluhy se analyzují doporučenými metodami pro analýzu vody, které jsou uvedeny v příloze č. 5 k vyhlášce č. 383/2001 Sb.

Na vodný výluh je při jeho analýze nahlíženo jako na vzorek vody a je nadále podroben postupům zkoušek v souladu s požadavky odst. 4 přílohy č. 4 (analytické metody aktualizované podle současného stavu legislativy viz příloha č. 3 tohoto metodického pokynu).

Analýzou vodného výluhu se získají hmotnostní koncentrace ve výluhu obsažených rozpuštěných složek. Výsledky analýzy zaměřené na zjištění hodnot jednotlivých stanovených ukazatelů se uvádějí na tolik platných míst, aby pouze poslední místo bylo zatíženo nejistotou, a v jednotkách, které jsou uvedeny u jejich limitních hodnot v tabulkách jednotlivých tříd vyluhovatelnosti. Stejně zásady platí při uvádění hodnot ze zkoušek výluhu pro hodnocení nebezpečné vlastnosti H13. Výsledky stanovení chemických ukazatelů se vyjadřují v [mg/l], stanovení konduktivity v [mS/m], výsledky ekotoxikologických testů v [ml/l].

3.7 Zabezpečení a řízení jakosti

Laboratoř zhotovující vodný výluh ze vzorků odpadů musí mít zaveden systém jakosti v souladu s požadavky ustanovení § 11, odst. 4 vyhlášky č. 383/2001 Sb.

V rámci programu zabezpečení a řízení jakosti musí být pro přípravu výluhů stanoveny četnosti a nejdelší přípustné časové intervaly pro:

- stanovení slepého pokusu souběžně připravovaného se sérií běžných výluhů – vzorkovnice se naplní vodou, po uzavření se podrobí vyluhovacímu procesu a nakládá se s ní stejně jako v případě reálného analytického vzorku,
- zpracovávání duplicitních vzorků pro kontrolu opakovatelnosti zkoušek.

Vlastní údaje o přesnosti a správnosti prováděných zkoušek získávají jednotlivé laboratoře z činností prováděných v rámci interního a externího řízení a kontroly jakosti (QA/QC).

4 DOKUMENTACE PŘÍPRAVY VÝLUHU

Informace o přípravě vodného výluhu a činnostech s tím souvisejících laboratoř na vyžádání uvede v Záznamu o přípravě vodného výluhu. Informace o vyluhovatelnosti odpadu předává laboratoř v podobě Protokolu o zkoušce. Záznam o přípravě vodného výluhu a Protokol o zkoušce mohou být sjednoceny do jednoho dokumentu.

Informace o nakládání s příslušným odpadem při přípravě vodného výluhu a o prováděných činnostech při jeho přípravě musí být uvedeny v příslušné dokumentaci analytické laboratoře, zaznamenávají se do ní minimálně skutečnosti uvedené v kapitole 4.1 tohoto metodického pokynu.

4.1 Obsah Záznamu o přípravě vodného výluhu

Část A: Příprava vzorku

- 1) Odkaz na tento metodický pokyn.
- 2) Popis laboratorního vzorku (typ odpadu, vzhled, pach).
- 3) Identifikace laboratoře a laboratorního vzorku.
- 4) Hmotnost převzatého laboratorního vzorku.
- 5) Podmínky uchování vzorků v laboratoři.
- 6) Popis přípravy analytického vzorku, zvláště pak způsob zmenšení zrnitosti, pokud bylo provedeno, podíl frakce větší než 4 mm, podíl a charakteristika nedrtitelné frakce, způsob dělení vzorku.

Část B: Příprava výluhu

- 1) Hmotnost M analytického vzorku v [kg].
- 2) Datum přípravy analytického vzorku pro stanovení podílu sušiny.
- 3) Datum přípravy analytického vzorku pro vyluhovací zkoušku.
- 4) Objem vody L_A v [l] přidané k analytickému vzorku.
- 5) Typ použité vzorkovnice a třepačky na přípravu výluhu.
- 6) Celková doba oddělování pevné a kapalné fáze.
- 7) Popis postupu pro oddělení kapalné a pevné fáze, zvláště pak charakteristika použitých filtrů. V případě použití zvláštního postupu jeho úplný a podrobný popis.
- 8) Množství vodného výluhu V_E v [l], získané pro následující analýzy.

5 DOKUMENTACE VÝSLEDKŮ

V protokolu o analýze vodného výluhu jsou jednotlivé ukazatele a jejich zjištěné hodnoty uvedeny v tabulkové podobě v pořadí a v jednotkách shodně s tabulkami pro jednotlivé třídy vyluhovatelnosti podle přílohy č. 6 k vyhlášce č. 383/2001 Sb., respektive podle přílohy č. 6 k vyhlášce č. 376/2001 Sb. Pokud byly analyzovány pouze vybrané ukazatele z citovaných tabulek, uvede se u ostatních ukazatelů ve sloupci jejich zjištěných hodnot slovo „nestanoven“.

6 LIMITNÍ HODNOTY UKAZATELŮ – INTERPRETACE VÝSLEDKŮ ZKOUŠEK

Výsledky zkoušek uvedené v Protokolu o zkoušce je doporučeno interpretovat dále popsáním způsobem, tento postup je vhodné použít především tehdy, jestliže výsledky zkoušek interpretuje osoba pověřená pro účely hodnocení nebezpečných vlastností; níže uvedená interpretace výsledků se týká ukazatelů jednotlivých tříd vyluhovatelnosti s výjimkou ekotoxicity, které se týká přiměřeně:

1 Hodnoty všech ukazatelů zjištěných zkouškou, navýšené o příspěvek nejistoty, jsou nižší (nebo rovny) než limitní hodnoty ve sledované třídě vyluhovatelnosti.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **vyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti.

2 Hodnota nejméně jednoho ukazatele zjištěného zkouškou je vyšší než limitní hodnota ve sledované třídě vyluhovatelnosti.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **nevyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti.

3 Hodnota nejméně jednoho ukazatele zjištěného zkouškou, navýšená o příspěvek nejistoty, je vyšší než jeho limitní hodnota.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **nevyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti. Pro možné zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti je nutné provést opakovaný odběr vzorku (druhý vzorek) a takto získaný vzorek podrobit postupu ke zjištění hodnoty ukazatele nebo ukazatelů, které po navýšení o příspěvek nejistoty byly při zkoušce prvního vzorku vyšší než hodnoty limitní.

3.1 Zkouškou druhého vzorku odpadu byly získány hodnoty sledovaných ukazatelů, z nichž nejméně jedna je rovna nebo je vyšší než příslušná hodnota limitní.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **nevyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti.

3.2 Zkouškou druhého vzorku odpadu byly získány hodnoty sledovaných ukazatelů nižší než příslušné hodnoty limitní.

Z hodnot ukazatelů získaných při první a při druhé zkoušce je výpočtem získán aritmetický průměr, který je považován za hodnotu příslušného ukazatele. Takto získaná hodnota navýšená o polovinu příspěvku nejistoty (aritmetického průměru nejistoty z obou stanovení) je nižší než hodnota limitní.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **vyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti.

3.3 Zkouškou druhého vzorku odpadu byly získány hodnoty sledovaných ukazatelů nižší než příslušné hodnoty limitní. Aritmetický průměr z hodnot ukazatelů získaných při první a při druhé zkoušce je považován za hodnotu příslušného ukazatele. Takto získaná hodnota ukazatele navýšená o polovinu příspěvku nejistoty (aritmetického průměru nejistoty z obou stanovení) je vyšší (nebo rovna) než hodnota limitní.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **nevyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti. Pro možné zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti je nutné provést opakovaný odběr vzorku (třetí vzorek) a takto získaný vzorek podrobit postupu ke zjištění hodnoty ukazatele nebo ukazatelů, které při dosavadním postupu byly rovny nebo větší než hodnoty limitní.

3.3.1 Zkouškou třetího vzorku odpadu byla získána u nejméně jednoho ze sledovaných ukazatelů hodnota převyšující hodnotu limitní.

Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **nevyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti.

3.3.2 Zkouškou třetího vzorku byly získány hodnoty sledovaných ukazatelů nižší (nebo rovny) než hodnoty limitní. Aritmetický průměr výsledků zkoušek ze tří stanovení je považován za zkouškami získanou hodnotu ukazatele. V tomto případě se již tato hodnota nenavýšuje o příspěvek z nejistoty.

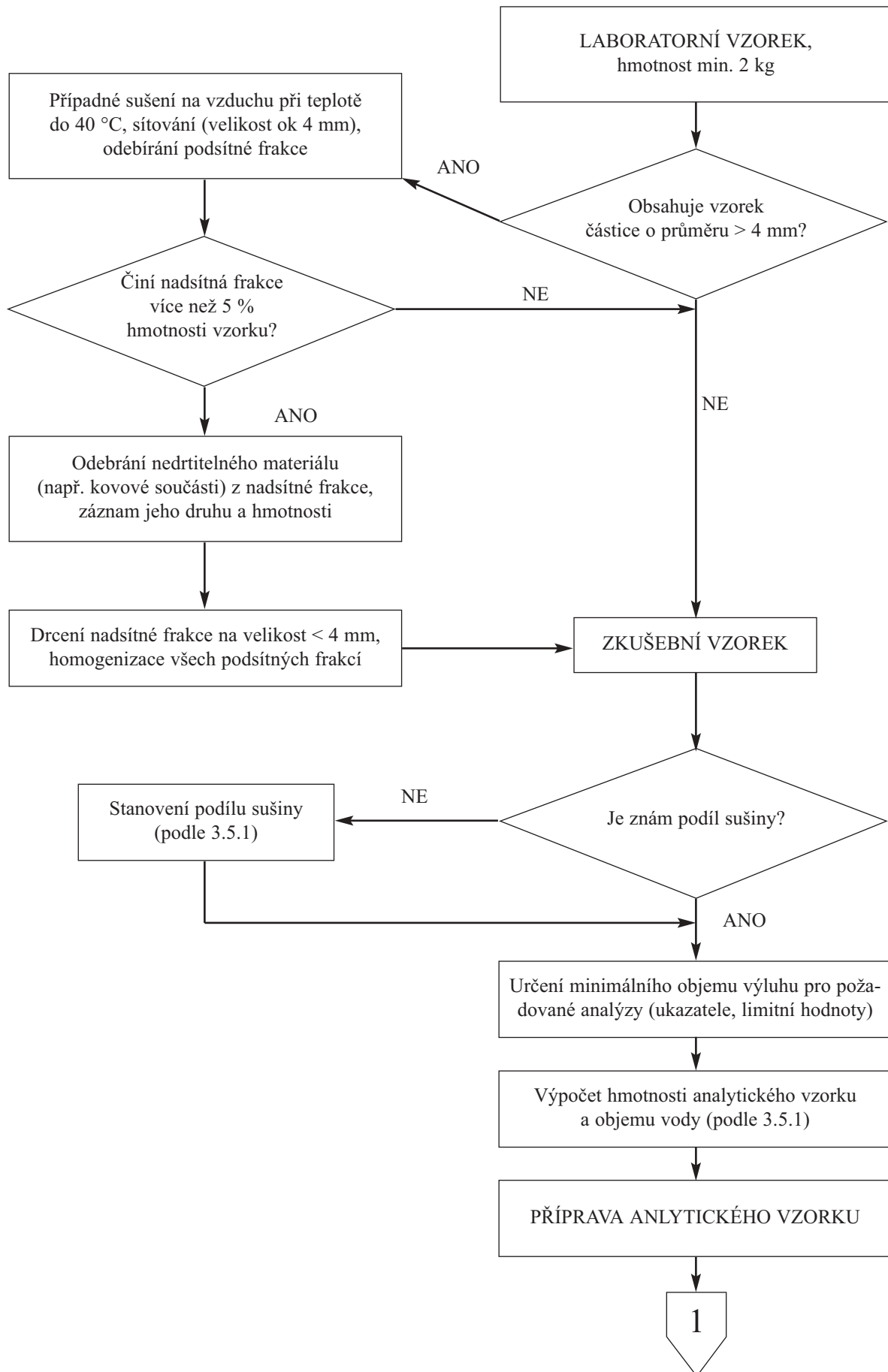
Interpretace: Odpad reprezentovaný zkoušeným vzorkem **vyhovuje** zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti.

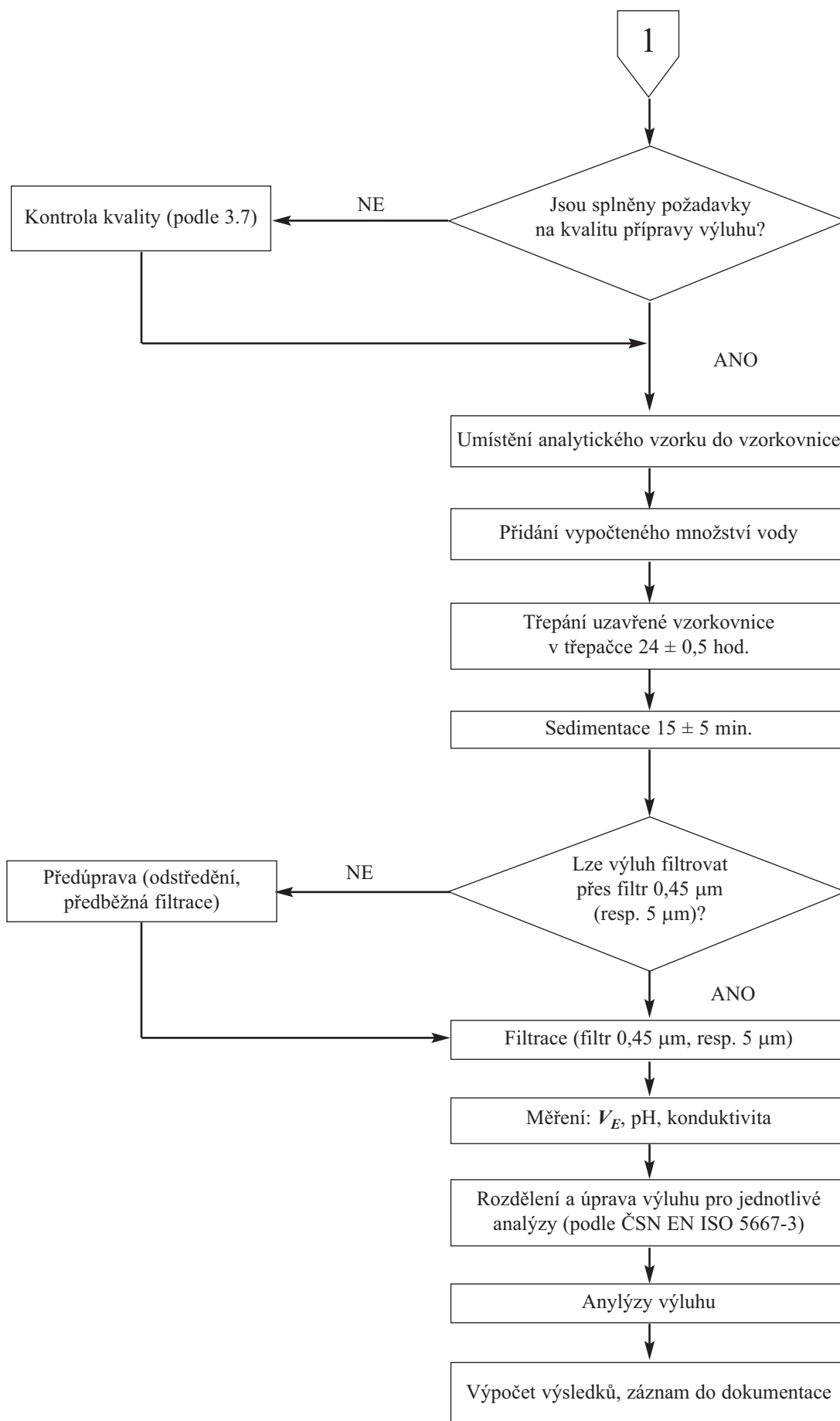
Poznámka: Postup druhé, případně třetí zkoušky odpadu nevyhovujícího k zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti zahrnuje: odběr vzorku, přípravu výluhu, zkoušku výluhu ke zjištění hodnoty ukazatele(-ů), který(-é) nevyhověl(-y) příslušným limitním hodnotám. Podmínkou při popsaném postupu je, že odběr vzorku bude prováděn shodným postupem a zkoušky budou provedeny ve stejné laboratoři.

V případě, že při interpretaci výsledků bude odpad hodnocen jako nevyhovující pro zařazení do sledované třídy vyluhovatelnosti a nebudou uskutečněny opakované odběry vzorků, může být odpad zařazen pouze do vyšší než sledované třídy vyluhovatelnosti.

Schéma hodnocení výsledků je uvedeno v příloze č. 4.

RNDr. Zdeňka Bubeníková, PhDr., v. r.
ředitelka odboru odpadů





M_w	M_D	DR	M_T	M	L_A
[g]	[g]	[%]	[g]	[g]	[ml]
10	10	100	100	100,0	1 000
10	9	90	100	111,1	989
10	8	80	100	125,0	975
10	7	70	100	142,9	957
10	6	60	100	166,7	933
10	5	50	100	200,0	900
10	4	40	100	250,0	850
10	3	30	100	333,3	767
10	2	20	100	500,0	600
10	1	10	100	1 000,0	100

- M_w – navážka analytického vzorku odpadu pro stanovení podílu sušiny
 M_D – hmotnost vysušeného analytického vzorku
 DR – podíl sušiny v analytickém vzorku
 M_T – teoretická navážka sušiny analytického vzorku pro přípravu vodného výluhu
 M – hmotnost analytického vzorku odpadu pro přípravu vodného výluhu
 L_A – množství přidané vody

Ukazatel	Norma
pH	ČSN ISO 10523 (757365) Jakost vod. Stanovení pH
Konduktivita	ČSN EN 27888 (757344) Jakost vod. Stanovení elektrické konduktivity (ISO 7888:1985)
Ekotoxicita	Metodický návod MŽP (Zpravodaj MŽP 12/1998)
DOC (rozpuštěný organický uhlík)	ČSN EN 1484 (757516) Jakost vod. Pokyny pro stanovení celkového organického uhlíku (TOC) a rozpuštěného organického uhlíku (DOC)
Fenolový index	ČSN ISO 6439 (757528) Jakost vod. Stanovení jednosytných fenolů. Spektrofotometrická metoda se 4-aminoantipyrinem po destilaci
Amonné ionty	ČSN ISO 7150-1 (757451) Jakost vod. Stanovení amonných iontů Část 1: Manuální spektrometrická metoda ČSN ISO 5664 (757449) Jakost vod. Stanovení amonných iontů. Odměrná metoda po destilaci ČSN EN ISO 11732 (757454) Jakost vod. Stanovení amoniakálního dusíku průtokovou analýzou (CFA a FIA) a spektrofotometrickou detekcí
Dusičnany	ČSN ISO 7890-3 (757453) Jakost vod. Stanovení dusičnanů Část 3: Spektrometrická metoda s kyselinou sulfosalicylovou ČSN EN ISO 13395 (757456) Jakost vod. Stanovení dusitanového dusíku a dusičnanového dusíku a sumy obou průtokovou analýzou (CFA a FIA) se spektrofotometrickou detekcí- ČSN EN ISO 10304-2 (757391) Jakost vod. Stanovení rozpuštěných aniontů metodou kapalinové chromatografie iontů. Část 2: Stanovení bromidů, chloridů, dusičnanů, ortofosforečnanů a síranů v odpadních vodách
Dusitany	ČSN EN 26777 (757452) Jakost vod. Stanovení dusitanů. Molekulární absorpční spektrofotometrická metoda (ISO 6777:1984) ČSN EN ISO 13395 (757456) Jakost vod. Stanovení dusitanového dusíku a dusičnanového dusíku a sumy obou průtokovou analýzou (CFA a FIA) se spektrofotometrickou detekcí
Fluoridy	ČSN ISO 10359-2 (757430) Jakost vod. Stanovení fluoridů. Část 2: Stanovení anorganicky vázaných celkových fluoridů po rozkladu a destilaci ČSN EN ISO 10304-2 (757391) Jakost vod. Stanovení rozpuštěných aniontů metodou kapalinové chromatografie iontů. Část 2: Stanovení bromidů, chloridů, dusičnanů, ortofosforečnanů a síranů v odpadních vodách
Chloridy	ČSN ISO 9297 (757420) Jakost vod. Stanovení chloridů. Argentometrické stanovení s chromanovým indikátorem (metoda podle Mohra) ČSN EN ISO 10304-2 (757391) Jakost vod. Stanovení rozpuštěných aniontů metodou kapalinové chromatografie iontů. Část 2: Stanovení bromidů, chloridů, dusičnanů, ortofosforečnanů a síranů v odpadních vodách ČSN EN ISO 15682 (757421) Jakost vod. Stanovení chloridů průtokovou analýzou (FIA a CFA) se spektrofotometrickou nebo potenciometrickou detekcí
Kyanidy celkové	ČSN ISO 6703-1 (757414) Jakost vod. Stanovení kyanidů. Část 1: Stanovení veškerých kyanidů (norma zrušena bez náhrady – srpen 2001)
Kyanidy snadno uvolnitelné	ČSN ISO 6703-2 (757414) Jakost vod. Stanovení kyanidů. Část 2: Stanovení snadno uvolnitelných kyanidů
Sírany	ČSN EN ISO 10304-2 (757391) Jakost vod. Stanovení rozpuštěných aniontů metodou kapalinové chromatografie iontů. Část 2: Stanovení bromidů, chloridů, dusičnanů, ortofosforečnanů a síranů v odpadních vodách ČSN ISO 9280 (757476) Jakost vod. Stanovení síranů. Gravimetrická metoda s chloridem barnatým (norma zrušena bez náhrady – listopad 2001)
Ag	ČSN 75 7400 Jakost vod. Stanovení stříbra metodami atomové absorpční spektrometrie- ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Al	ČSN ISO 10566 (757401) Jakost vod. Stanovení hliníku. Spektrofotometrická metoda s pyrokatecholovou violetí ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)

As	ČSN EN ISO 11969 (757403) Jakost vod. Stanovení arsenu. Metoda atomové absorpční spektrometrie (hydridová technika)
B	ČSN ISO 9390 (757406) Jakost vod. Stanovení boritanů. Spektrometrické stanovení s azo-methinem-H ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Ba	TNV 75 7408 Jakost vod. Stanovení barya bezplamenovou technikou AAS ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Be	DIN 38406-29 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – Cations (group E) – Part 29: Determination of 61 elements by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) (E 29)
Cd	ČSN EN ISO 5961 (757418) Jakost vod. Stanovení kadmia atomovou absorpční spektrometrií ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Co	ČSN ISO 8288 (757382) Jakost vod. Stanovení kobaltu, niklu, mědi, zinku, kadmia a olova. Metody plamenové atomové absorpční spektrometrie TNV 757422 Jakost vod. Stanovení kobaltu bezplamenovou technikou AAS ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Cr celkový	ČSN EN 1233 (757425) Jakost vod. Stanovení chromu. Metody atomové absorpční spektrometrie ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Cu	TNV 757426 Jakost vod. Stanovení mědi bezplamenovou technikou AAS ČSN ISO 8288 (757382) Jakost vod. Stanovení kobaltu, niklu, mědi, zinku, kadmia a olova. Metody plamenové atomové absorpční spektrometrie ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Fe	ČSN ISO 6332 (757433) Jakost vod. Stanovení železa. Fotometrická metoda s 1,10-fenantrolinem ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Hg	ČSN EN 1483 (757539) Jakost vod. Stanovení rtuti TNV 757440 Jakost vod Stanovení veškeré rtuti jednoúčelovým atomovým absorpčním spektrometrem
Mn	ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES) ČSN ISO 6333 (757447) Jakost vod. Stanovení manganu. Spektrofotometrická metoda s formaldoximem
Ni	TNV 757461 Jakost vod Stanovení niklu bezplamenovou technikou AAS ČSN ISO 8288 (757382) Jakost vod. Stanovení kobaltu, niklu, mědi, zinku, kadmia a olova. Metody plamenové atomové absorpční spektrometrie ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Pb	TNV 757467 Jakost vod. Stanovení olova bezplamenovou technikou AAS ČSN ISO 8288 (757382) Jakost vod. Stanovení kobaltu, niklu, mědi, zinku, kadmia a olova. Metody plamenové atomové absorpční spektrometrie ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
Sb	ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES) DIN 38405-32 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – Anions (group D) – Part 32: Determination of antimony by atomic absorption spectrometry (D 32)
Se	ČSN ISO 9965 (757480) Jakost vod. Stanovení selenu. Metoda atomové absorpční spektrometrie (hydridová technika) ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)

V	ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES)
	DIN 38406-29 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge – Cations (group E) – Part 29: Determination of 61 elements by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) (E 29)
Zn	ČSN EN ISO 11885 (757387) Jakost vod. Stanovení 33 prvků atomovou emisní spektrometrií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES) ČSN ISO 8288 (757382) Jakost vod. Stanovení kobaltu, niklu, mědi, zinku, kadmia a olova. Metody plamenové atomové absorpční spektrometrie TNV 757497 Jakost vod. Stanovení zinku bezplamenovou technikou AAS

V této příloze je uveden výčet analytických metod, který obsahuje normalizované analytické metody, jejichž texty jsou vydány tiskem. Pokud pro příslušný ukazatel není k dispozici normalizovaná metoda v české verzi, obsahuje tento výčet i normy německé.

Změny platnosti norem oznamuje Ministerstvo životního prostředí ve Věstníku Ministerstva životního prostředí.

