

VÝNOS

Ministerstva životného prostredia Slovenskej republiky

z 9. septembra 2015

č. 1/2015

o jednotných metódach analytickej kontroly odpadov

Ministerstvo životného prostredia Slovenskej republiky podľa § 105 ods. 3 písm. e) zákona č. 79/2015 Z. z. o odpadoch a o zmene a doplnení niektorých zákonov (ďalej len „zákon“) ustanovuje:

§ 1

(1) Tento výnos upravuje postupy

- a) odberu vzoriek odpadov na analýzu nebezpečných vlastností a zloženia odpadov,
- b) prípravy vodného výluhu z odpadov,
- c) stanovenia sledovaných ukazovateľov odpadov a vodných výluhov z odpadov,
- d) spracovania výsledkov analýz odpadov a výluhov z odpadov a vyjadrovania výsledkov analýz odpadov.

(2) Tento výnos sa nevzťahuje na postupy analýzy zloženia a hodnotenia nebezpečných vlastností odpadov, ktoré sú dokumentované v technických normách pre oblasť Charakterizácia odpadov.

§ 2

Odber vzoriek odpadov na analýzu nebezpečných vlastností a zloženia odpadov sa vykonáva podľa postupu uvedeného v prílohe č. 1.

§ 3

(1) Pri príprave vodného výluhu zo zrnitých druhov odpadov a kalov sa postupuje podľa štandardizovaného postupu medzinárodnej normy¹⁾ uvedeného v osobitnom predpise.²⁾

(2) Príprava vodného výluhu z monolitického odpadu a odpadu po úprave sa vykonáva podľa postupu uvedeného v prílohe č. 2.

¹⁾ STN EN 12457-4 Charakterizácia odpadov. Vylúhovanie. Overovacia skúška na vylúhovanie zrnitých odpadových materiálov a kalov. Časť 4: Jednostupňová dávková skúška pri pomere kvapaliny a tuhej látky 10 l/kg materiálov s veľkosťou častíc menšou ako 10 mm (bez zmenšovania alebo so zmenšovaním veľkosti) (83 8231).

²⁾ Príloha č. 2 vyhlášky Ministerstva životného prostredia Slovenskej republiky č. 372/2015 Z. z. o skládkovaní odpadov a dočasnom uskladnení kovovej ortuti.

§ 4

Stanovenie sledovaných jednotlivých ukazovateľov odpadov a vodných výluhov z odpadov sa vykonáva podľa postupov uvedených v osobitnom predpise.²⁾

§ 5

Na spracovanie výsledkov z analýz odpadov a ich výluhov platia zásady uvedené v prílohe č. 3.

§ 6

Zrušuje sa výnos Ministerstva životného prostredia Slovenskej republiky z 12. februára 2002 č. 1/2002, ktorým sa ustanovujú jednotné metódy analytickej kontroly odpadov (oznámenie č. 75/2002 Z. z).

§ 7

Tento výnos nadobúda účinnosť 1. januára 2016.

Peter Žiga v. r.

ODBER VZORIEK ODPADOV

Tento postup platí pre odber tuhých, kvapalných a pastovitých odpadov, kalov, sedimentov a kontaminovaných zemín.

1. VŠEOBECNE

1.1 Týmto postupom sa stanovujú hlavné zásady odberu vzoriek odpadov na účely analytickej kontroly odpadov.

1.2 Odber vzoriek odpadov a analýzu nebezpečných vlastností a zloženia odpadov vykonáva akreditované odborné pracovisko, ktorého akreditácia sa vzťahuje na metódy uvedené v prílohe osvedčenia o akreditácii³⁾ a výsledky sa predkladajú v protokole z analytickej kontroly odpadov.⁴⁾

1.3 Postup je určený na odber vzoriek odpadov pri ich vzniku, nakladaní, pri doprave alebo prechodnom uskladnení u pôvodcu, prevádzkovateľa zariadenia na zneškodňovanie, spracovanie, úpravu alebo recykláciu odpadu.

1.4 Pri odbere vzoriek odpadov je potrebné dodržať ustanovenia ďalej uvedených technických noriem.

2. POSTUP, URČENIE MIESTA A ZÁSADY ODBERU

Odber vzoriek prebieha podľa vopred vypracovaného plánu odberu vzoriek, ktorý podľa technických noriem⁵⁾ má obsahovať tieto údaje:

- a) schému vzorkovania, počet vzorkovaných jednotiek, počet čiastkových vzoriek a miesta ich odberu,
- b) hmotnosť alebo objem čiastkovej vzorky,
- c) typ použitého vzorkovača a vzorkovnice,
- d) popis techniky odberu vzoriek,
- e) postup úpravy vzoriek,
- f) veľkosť laboratórnej vzorky.

³⁾ § 2 písm. c) zákona č. 505/2009 Z. z. o akreditácii orgánov posudzovania zhody a o zmene a doplnení niektorých zákonov.

⁴⁾ § 5 ods. 1 vyhlášky Ministerstva životného prostredia Slovenskej republiky č. 371/2015 Z. z., ktorou sa vykonávajú niektoré ustanovenie zákona o odpadoch.

⁵⁾ STN 01 5110 Vzorkovanie materiálov. Základné ustanovenia (01 5110).

STN EN 14899 Charakterizácia odpadov. Odber vzoriek odpadových materiálov. Rámec prípravy a použitia plánu odberu vzorky (83 8202).

Miesto a postup pri odbere vzoriek kvapalných a pastovitých odpadov závisia od druhu kvapaliny alebo pastovitého materiálu, ďalej napríklad objemu obalu alebo heterogenity. Na odber vzoriek kvapalných a pastovitých odpadov platí napríklad slovenská technická norma.⁶⁾

Pri odbere väčšieho množstva odpadu rovnakého druhu, napríklad pri odbere z rozľahlých skládok odpadu alebo materiálu v rôznom balení (sudy, nádrže, vrecia), je nutné dodržať zásadu náhodného výberu miesta odberu jednotlivých vzoriek z toho dôvodu, aby sa v najväčšej miere eliminovala možnosť ovplyvnenia výsledkov skúmania materiálu podmienkami v mieste odberu.

Pri výbere miesta odberu jednotlivých vzoriek sa postupuje podľa tabuľky č. 1.

Tabuľka č. 1 Tabuľka náhodných čísel

03	47	43	73	86	36	96	47	36	61	46	98	63	71	62
97	74	24	67	62	42	81	14	57	20	42	53	32	37	32
16	76	62	27	66	56	50	26	71	07	32	90	79	78	53
12	56	85	99	26	96	96	68	27	31	05	03	72	93	15
55	59	56	35	64	38	54	82	46	22	31	62	43	09	90
16	22	77	94	39	49	54	43	54	82	17	37	93	23	78
84	42	17	53	31	57	24	55	06	88	77	04	74	47	67
63	01	63	78	59	16	95	55	67	19	98	10	50	71	75
33	21	12	34	29	78	64	56	07	82	52	42	07	44	38
57	60	86	32	44	09	47	27	96	54	49	17	46	09	62
18	18	07	92	46	44	17	16	58	09	79	83	86	19	62
26	62	38	97	75	84	16	07	44	99	83	11	46	32	24
23	42	40	64	74	82	97	77	77	81	07	45	32	14	08
52	36	28	19	95	50	92	26	11	97	00	56	76	31	38
37	85	94	35	12	83	39	50	08	30	42	34	07	96	88
70	29	17	12	13	40	33	20	38	26	13	89	51	03	74
56	62	18	37	35	96	83	50	87	75	97	12	25	93	47
99	49	57	22	77	88	42	95	45	72	16	64	36	16	00
16	08	15	04	72	33	27	14	34	09	45	59	34	68	49
31	16	93	32	43	50	27	89	87	19	20	15	37	00	49

⁶⁾ STN 65 0512 Vzorkovanie kvapalín (65 0512).

Použitie tabuľky náhodných čísiel

1. Na základe informácií, ktoré sú k dispozícii, sa obaly so vzorkami (nádrže, sudy, vrecia) roztriedia podľa typu odpadov. Pri plošne rozľahlých skládkach obsahujúcich odpad rovnakého druhu, sa tieto šachovnicovým spôsobom rozdelia sieťou myslených čiar na jednotlivé sektory.

2. Obaly (sektory), ktoré obsahujú rovnaký typ odpadu sa očísľujú začiatočným číslom 01.

3. V nasledujúcom kroku sa určí, koľko vzoriek je potrebné odobrať. Tento počet je obyčajne určený cieľom vzorkovania. Napríklad, ak by bolo 20 obalov s tým istým typom odpadu, vzorkuje sa 5 obalov.

Pre pravidelný monitoring stačí odber jednej alebo dvoch vzoriek. V tomto prípade nie je potrebné náhodné vzorkovanie.

4. Pri použití náhodných čísiel sa zvolí akékoľvek číslo ako východiskový bod.

5. Od tohto čísla sa postupuje dolu po stĺpci, potom k vedľajšiemu stĺpcu vpravo alebo sa postupuje ľubovoľným vopred stanoveným smerom, kým nie je vybratých 5 čísel medzi 01 - 20 bez opakovania. Väčšie čísla sa nesmú vyberať.

Príklad:

Ak by sa malo zvoliť číslo 19 ako východiskový bod v stĺpci 4, nasledujúce voliteľné čísla, ak sa postupuje nadol týmto stĺpcom, sú 12 a 04. Takže zatiaľ sú vybraté iba 3 voliteľné čísla. Postupuje sa susedným stĺpcom vpravo. Postupujúc nadol a začínajúc zvrchu tohoto stĺpca, sú nasledujúce voliteľné čísla 12 a 13. Ale číslo 12 už raz bolo vybraté. Pri postupe šiestym stĺpcom je nasledujúce voliteľné číslo 16. Takto bude vašich päť náhodných čísiel 19, 12, 04, 13 a 16. Teda budú sa vzorkovať obaly s príslušnými číslami.

2.1 ODBER VZORIEK TUHÝCH PRIEMYSELNÝCH ODPADOV

Priemyselné odpady majú odlišné špecifické vlastnosti ako domový (komunálny) odpad, napríklad väčšiu homogenitu. Zmiešaním rôznych odpadov, či už u producentov odpadu, na úložiskách, alebo pri doprave na skládku, môžu vzniknúť aj heterogénne zmesi, čo je potrebné pri odbere vzoriek zohľadniť.

2.2 ODBER VZORIEK PÔD KONTAMINOVANÝCH ODPADMI

2.2.1 Všeobecne

2.2.1.1 Kontaminácia pôd je zapríčinená hlavne škodlivinami, napríklad minerálnymi olejmi, ťažkými kovmi alebo prostriedkami na ochranu rastlín. Ku kontamináciám tohto druhu dochádza napríklad pri dopravných nehodách a v okolí netesných zásobníkov a potrubí. Ku kontaminácii pôd môžu viesť tiež emisie toxických látok v plynnom alebo v tuhom skupenstve. Niekedy môže byť kontaminácia pôdy tak silná, že treba zväziť sanáciu kontaminovanej pôdy.

2.2.1.2 Ciele odberu vzoriek kontaminovaných pôd sú:

- a) stanovenie druhu a rozsahu kontaminácie,
- b) určenie priestorového rozšírenia kontaminácie,
- c) sledovanie časového priebehu kontaminácie,
- d) sledovanie účinku odstránenia kontaminovanej pôdy.

2.2.1.3 Pred začiatkom rozsiahleho prieskumu je dôležité získať čo najviac informácií o rozsahu kontaminácie. Pri dopravných nehodách je možné najviac o kontaminácii zistiť z dodacích listov alebo pri nebezpečnom náklade z čísiel výstražnej tabuľky a prepravných dokladov vozidla. Vo všeobecnosti platí, že rozsah skúmania má byť úmerný významu kontaminácie.

2.2.1.4 Obsahom situačnej správy o kontaminácii je aj náčrt kontaminovaného územia, kde sú zachytené možné ohrozené objekty v okolí, napríklad pramene, studne, chránené vodohospodárske oblasti, prípadne možné smery toku škodlivín.

2.2.1.5 Z geologických podmienok (hladina podzemnej vody, smer toku podzemnej vody, priepustnosť podložia), druhu a množstva škodlivín sa dá odhadnúť rozsah kontaminácie a prípadný rozsah škôd.

2.2.2 Spôsoby odberu vzoriek pôd kontaminovaných odpadmi

Pri odbere vzoriek prichádzajú do úvahy nasledujúce možnosti výberu metódy odberu podľa jeho účelu:

- a) ručná sondáž,
- b) zakladanie plytkých výkopov,
- c) vrtanie jadrovými alebo špirálovými vrtákmi.

2.2.3 Ručná sondáž

2.2.3.1 Ručná sondáž sa uskutočňuje použitím ručných vrtacích nástrojov (zemné vrtáky). Týmto spôsobom sa získavajú iba malé vzorky, ktoré v mnohých prípadoch postačujú na posúdenie pomerov v podloží. Na odber vzoriek kontaminovanej zeminy do hĺbok cca 120 cm sa dajú úspešne použiť bežné ručné vrtáky, používané v poľnohospodárstve na sledovanie kvality pôd.

2.2.3.2 Na odber porušených vzoriek zeminy sa používajú dutinové zemné vrtáky, ktorými je možný odber jednotlivých malých vzoriek z rôznych hĺbok. Na odber väčšieho množstva zeminy je možné použiť rovnaký typ vrtáku s dutinou zväčšenou na objem jednotlivéj vzorky cca 1 dm³. Podobne je možné použiť ručný zemný vrták, zhotovený z oceľovej trubky, ktorá má na dolnom konci zubové zakončenie. Toto pri vrtaní vyreže valcovú vzorku zeminy, ktorá sa po vytiahnutí vrtáku zo zeme z trubice vytlačí piestom.

2.2.3.3 Na odber neporušených vzoriek je možné po predvrtaní otvoru do potrebnej hĺbky použiť Kopeckého krúžky, pomocou ktorých sa získa vzorka v nezmenenom stave.

2.2.3.4 Baranidlovou sondou sa dajú dosiahnuť hĺbky okolo 10 m. Sonda sa do podložia zaráža alebo zatláča baranidlom ručne alebo pomocou motora. Použitie baranidlovej sondy vyžaduje skúsenosti, predovšetkým pri hrubozrnných zeminách, ktoré sa neudržia v úzkom priereze a preto sú vhodné pre súdržné zeminy. Získané množstvo vzorky je vhodné na jej kvalitatívnu alebo kvantitatívnu analýzu.

2.2.3.5 Ak sú potrebné vrty len do hĺbok 1 m, najvhodnejšia je sonda, ktorá sa ručne zatĺka kladivom. Získané množstvo vzorky je podstatne väčšie, ako pri predchádzajúcom postupe.

2.2.3.6 Ručná sondáž dáva v ploche kontaminácie relatívne rýchlo a finančne nenáročne krátkodobý postačujúci obraz rozdelenia škodlivín. Takéto predbežné sledovania sú veľmi dôležité, lebo umožňujú optimálne nasadenie havarijných a dopravných prostriedkov a tiež mechanizovaných vŕtačiek.

2.2.3.7 Pachové určenie rozsahu kontaminácie bez predchádzajúcej sondáže je postačujúce iba pri kontaminácii malého rozsahu, pretože napríklad pri kontaminácii ropnými látkami vzorky získané ručnými vrtmi je možné posudzovať čuchom len po zistenie prvých stôp kontaminácie, potom je nutné sondovacie náradie pred každým novým použitím umyť saponátovým prostriedkom.

Pachovú skúšku je nutné uskutočniť vzápätí po vyťahnutí sondy a mala by byť vykonaná naraz dvoma alebo tromi osobami, pretože pach sa vo vzduchu môže rýchlo rozplynúť.

2.2.3.8 Vyššie uvedené nástroje sa dajú použiť len v ľahkých pôdach, predovšetkým na stanovenie rozsahu kontaminácie.

2.2.4 Kované sondy

2.2.4.1 Kované sondy sú na posúdenie stavu a rozsahu kontaminácie pôdy veľmi výhodné, nakoľko umožňujú získavať porušené aj neporušené vzorky podložia veľmi jednoduchým spôsobom. Kované sondy tiež poskytujú možnosť posúdiť podložie v každom ohľade bez problémov.

2.2.4.2 Minimálna šírka kovaných sond je 0,7 m. Čelná stena má byť podľa možnosti zvislá a ďalšie by mali byť urobené stupňovito, aby bolo možné odoberať neporušené vzorky z rôznych hĺbok. Na zaistenie je potrebné podľa hĺbky výkopu a druhu zeme vystuženie. Platia osobitné predpisy o bezpečnosti práce.

2.2.4.3 Napriek tomu, že vykopanie sondy je časovo a finančne náročné, je často používané, lebo je možné využiť miestne podniky, ktoré môžu vyhlbiť šachty ľahkým bagrom, zatiaľ čo motorové vrtné súpravy nie sú vždy k dispozícii. Pritom je potrebné vždy posúdiť, či vykované sondy nemožno následne využiť na sanovanie (odber materiálu, odčerpávanie nečistôt). Týmto spôsobom je tiež možné odobrať časť znečistenej zeme.

2.2.5 Vrty

2.2.5.1 Pokiaľ je pri kontaminácii, ktorá vznikla pred krátkym časom, nutné z dôvodov terénnych podmienok (vyvýšeniny) uskutočniť pokusné vrty, najprv je potrebné neodkladne uskutočniť prieskumné vrty v okruhu predpokladanej kontaminácie. Priemer vrtu má byť zvolený tak, aby bolo možné použiť prieskumný vrt ako pozorovaciu studňu. V ťažko prístupných kontaminovaných oblastiach sú výhodné ľahko prenosné vrtné zariadenia.

Odber neporušených vzoriek nebýva vždy potrebný. Odoberané vzorky majú byť v priebehu vŕtania čo najmenej pomiešané, preto je potrebné obmedziť použitie výplachovej kvapaliny. Pri vŕtaní je nutné uvažovať nad možnosťou porušenia nepriepustných vrstiev a tým aj so vznikom možnosti prechodu škodlivín do nižších vrstiev podložia.

2.2.5.2 Minimálny priemer pre filtračné a násadcové rúry by mal byť pri nízkej hladine spodnej vody 125 mm, vhodnejší priemer je však 150 mm, aby bolo možné použiť ponorné čerpadlá s malým priemerom.

Pri sledovaní podzemných vôd sa najčastejšie používa zameriavacia filtračná trubica o priemere približne 50 mm. Použiteľná je len pri vyššej hladine podzemnej vody, keď sa majú použiť sacie čerpadlá, alebo sa výhľadovo nebudú odoberať vzorky vody, ale sa má hodnotiť len stav podzemných vôd.

Keď sú na hladine podzemnej vody prítomné nerozpustné látky, je potrebné zvoliť taký priemer vrtu, ktorý by umožnil načerpať požadovaný objem vzorky.

2.2.5.3 Za priaznivých podmienok, v slaboväzných a väzných druhoch pôdy znečistenej zóny, je možné použitím lyžicovým alebo špirálovým vrtákom ručného vrtného zariadenia, prípadne pomocou motorovej špirálovej vrtačky bez zapaženia, vrtať do hĺbky 4 m až 5 m. Tieto dve metódy sú vhodné predovšetkým na získanie rýchleho prehľadu o rozšírení kontaminácie v málo priepustných druhoch pôdy. Slúžia predovšetkým na doplnenie výsledkov ručného sondovania a kopaných sond.

2.2.5.4 Pri nestabilných alebo ťažko vrtateľných druhoch pôdy je možné použiť jadrové vrtacie zariadenia, ktoré sú schopné vrtať "na sucho" otáčaním alebo zarážaním. Optimálny vrtací priemer jadrových vrtov je v rozmedzí cca 130 mm až 200 mm. V pevných horninách sa vrta s vodným oplachom.

2.2.5.5 Pri prieskumných prácach v mäkkých horninách sa dajú použiť tzv. zarážacie vrtáky. Najznámejšou metódou tohto druhu je pilótová sondáž, pri ktorej sa plášťová rúra zaráža spolu s jadrovou o dĺžke 2 m až 3 m. Dvojdielna jadrová rúra sa po vytiahnutí po dĺžke rozoberie.

2.2.5.6 Pri hadicovom jadrovom vrtaní je jadrová rúra z vnútra potiahnutá priehľadnou plastickou fóliou. Jadro je teda počas vrtania navliekané do fólie. Pred prevozom vzoriek sa konce hadice uzavrujú alebo vzorky sú ihneď preložené do sklenených nádob.

Poznámka:

Materiál použitých trubiek musí odolávať škodlivinám. Trubky z PVC sú napríklad nevhodné pre minerálne oleje, lebo existuje nebezpečenstvo, že buď pre ich obsah zmäkčovadla alebo nízkej odolnosti voči aromatickým uhl'ovodíkom (napríklad benzol, sú nestabilné. Tu by sa mala dať prednosť kovovým filtrom. Takéto filtre sa dajú podľa okolností nainštalovať ako "stratené" a po ukončení prieskumných prác sa vyplnia pieskom alebo betónom.

Filtračné a násadcové rúry sa nesmú ošetrovať ochrannými nátermi s prichuťou, pachom a nátermi rozpustnými v olejoch. Materiál oplášťovania musí byť zvolený tak, aby zaisťoval možnosť niekoľkoročného pozorovania aj v agresívnom vodnom prostredí. Vlastné vrtné zariadenie, vrátane potrubí, prípadne lán musí byť zbavené olejov a masťô.

2.2.6 Sledovanie pórového vzduchu

2.2.6.1 Táto metóda je zvlášť vhodná na sledovanie rozšírenia znečistenia obsahujúceho migrujúce a prchavé organické zložky s prijateľnými nákladmi. Pri vysokomolekulárných organických zlúčeninách sa dajú pozitívne výsledky očakávať len v priestore vlastnej kontaminácie.

2.2.6.2 Sledovanie pórového vzduchu sa vykonáva pomocou trubičiek s kužeľovým špicom, v ktorej sú v malej vzdialenosti za špicom navrtané otvory alebo s masívnou zostavou tyčí, ktorá je mechanicky alebo ručne zarážaná do podlažia. Po dosiahnutí požadovanej hĺbky sa pomocou hadice napojí na tyč príslušná skúšobná trubička s indikačnou náplňou, cez ktorú sa pomocou balónika presáva pórový vzduch.

Podľa stupňa sfarbenia indikačnej látky a objemu nasatého vzduchu je možné odhadnúť obsah plyných škodlivín v pórovom vzduchu. Je nutné dbať na to, aby sa počas nasávania vzduchu do skúšobnej trubičky nedostala voda, čo by viedlo ku skresleniu výsledku. Po prvom pozitívnom výsledku sa musí trúbka vytiahnuť zo zeme a starostlivo vyčistiť.

2.2.6.3 Pri inej metóde, ktorá je nákladnejšia, ale presnejšia, sa odoberajú vzorky pórového vzduchu a podrobujú sa následnej analýze plynovou chromatografiou.

2.3 ODBER VZORIEK TUHÉHO DOMOVÉHO ODPADU

2.3.1 Odber reprezentatívnych vzoriek tuhého domového odpadu je vzhľadom na jeho špecifické vlastnosti veľmi náročný. Tuhý domový odpad sa totiž vyznačuje veľkou heterogénnosťou a tak je nutné pred vlastným odberom vzoriek vykonať rozdeľovaciu analýzu, a až na jej základe odobrať vzorky.

2.3.2 Rozdeľovacou analýzou sa spoľahlivo zistí podiel jednotlivých druhov materiálu v tuhom domovom odpade, ktorý sa mení s lokalitou sídla, z ktorého odpad pochádza (mesto, prímestské sídlo, vidiek), ako aj s ročným obdobím v čase odberu vzoriek.

2.3.3 Pred analýzou je nevyhnutný sitový rozbor. Preosiatím sa tuhý domový odpad rozdelí na 5 frakcií podľa veľkosti zrna:

- F I** < 16 mm
- F II** 16 mm až 40 mm
- F III** 40 mm až 100 mm
- F IV** 100 mm až 250 mm
- F V** > 250 mm

Ďalej sa vykoná triediaca analýza, pomocou ktorej sa tuhý domový odpad rozdelí na 12 skupín podľa charakteru látok:

- S 1 - železný šrot
- S 2 - farebné kovy
- S 3 - sklo
- S 4 - porcelán, tehla, kameň
- S 5 - plastické látky
- S 6 - guma, koža
- S 7 - textil
- S 8 - papier
- S 9 - kosti
- S 10 - drevo
- S 11 - kuchynský odpad, rastlinné zvyšky
- S 12 - popol, škvara.

2.3.4 Na chemickú analýzu sa pripravujú reprezentatívne vzorky z jednotlivých frakcií príslušných látkových skupín s hmotnosťou 1 kg.

Železný šrot možno oddeliť pomocou magnetov. Farebné kovy je potrebné podrvit' na drobné kúsky. Hliníkový šrot, plastické látky, textil, drevo a sklo sa zväčša z analýz vylučujú, je ale nevyhnutné zvažovať ich hmotnostné zastúpenie vo vzorke, resp. ich percentuálny podiel. V prípade potreby analýzy hrubých frakcií sa tieto musia adekvátne upraviť. Odporúča sa triedené kovové frakcie upraviť a analyzovať osobitne.

Dosiahnuté výsledky potom prepočítať na danú frakciu alebo na celkovú (výhodiskovú) hmotnosť vzorky odpadu, pri zväžení a zohľadnení prípadných zmien hmotnosti vzorky v dôsledku zmeny vlhkosti.

2.4 ODBER VZORIEK KALOVÝCH A KVAPALNÝCH ODPADOV

2.4.1 Pri odbere vzoriek kvapalných odpadov sa môžu vyskytnúť určité zvláštnosti pri ich dlhodobom skladovaní, to treba zohľadniť pri každom odbere vzoriek. Pre odber vzoriek kalov platí technická norma⁷⁾.

2.4.2 Pri odbere vzoriek kvapalných odpadov (nie tuhých kalov) z nádob alebo zásobníkov, sa postupuje podľa tabuľky č. 2, ktorá určuje minimálny počet odobratých vzoriek v závislosti od celkového množstva skúmaného odpadu (zásobníkov, nádrží).

Tabuľka č. 2 Odber vzoriek kvapalných odpadov z nádob alebo zo zásobníkov ^{a)}

Počet nádob alebo zásobníkov	Minimálny počet nádob alebo zásobníkov, z ktorých sa odoberú jednotlivé vzorky
1 až 3	všetky
4 až 64	4
65 až 125	5
126 až 216	6
217 až 343	7
344 až 512	8
513 až 729	9
730 až 1000	10
1001 až 1331	11
nad 1331	na každých 300 nádob vždy 1 vzorka navyše

^{a)} Počty platia pre nádoby a zásobníky s rovnakým obsahom.

2.4.3 Pri odbere vzoriek tuhých kalov a odpadov tukovej konzistencie z nádob a zásobníkov sa počet jednotlivých vzoriek určuje podľa tabuľky č. 3.

Tabuľka č. 3 Odber vzoriek tuhých kalov a odpadov tukovej konzistencie z nádob a zo zásobníkov.

Obsah nádoby alebo zásobníka [kg]	Celkové množstvo odpadu	Množstvo vzorky alebo počet nádob, príp. zásobníkov pre laboratórnu vzorku
< 0,5	ľubovoľné	postačujúce pre súbornú vzorku 1 kg
0,5 až 2,5	ľubovoľné	3 nádoby alebo zásobníky
	< 5 t	postačujúce pre súbornú vzorku (1 - 1,5) kg z jednej alebo viacerých nádob alebo zásobníkov
> 5	5 t - 25 t	postačujúce pre súbornú vzorku (1 - 2,5) kg z dvoch alebo viacerých nádob alebo zásobníkov

⁷⁾ STN EN ISO 5667-13 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 13: Pokyny na odber vzoriek kalov (ISO 5667-13) (75 7051).

	> 25 t	postačujúce pre súbornú vzorku (1 - 2,5) kg z troch alebo viacerých nádob alebo zásobníkov
--	--------	--

2.4.4 Odber jednotlivých vzoriek z ležiacich valcových zásobníkov sa riadi podľa tabuľky č. 4 (vrstva hor. = horná, str. = stredná, dol. = dolná).

Tabuľka č. 4 Odber jednotlivých vzoriek z ležiacich valcovitých zásobníkov

Výška hladiny v % priemeru zásobníka	Výška od dna v % priemeru zásobníka, v ktorej sa odoberie vzorka			Objemový podiel jednotlivéj vzorky v % priemernej vzorky		
	Vrstva			Vrstva		
	hor.	str.	spod.	hor.	str.	spod.
100	80	50	20	30	40	30
90	75	50	20	30	40	30
80	70	50	20	20	50	30
70		50	20		60	40
60		50	20		50	50
50		40	20		40	60
40			20			100
30			15			100
20			10			100
10			5			100

2.4.5 Pri určení miesta odberu jednotlivých vzoriek sa postupuje podľa metódy náhodných čísel.

3. TYPY VZORIEK

3.1 Pri odbere sa rozlišujú tri typy vzoriek:

- Jednoduchá (čiastková) vzorka** sa získa odobratím potrebného množstva vzorky vo zvolenom bode odberu.
- Priemerná zmesová vzorka** sa získa zmiešaním jednoduchých (čiastkových) vzoriek rovnakej hmotnosti alebo objemu.
- Proporcionálna zmesová vzorka** sa získa zmiešaním jednoduchých (čiastkových) vzoriek rôznej hmotnosti alebo objemu. Zmiešavací pomer hmotnosti alebo objemov jednotlivých častí proporcionálnej zmesovej vzorky vopred stanoví odborník.

3.2 Je nutné stanoviť hmotnosť alebo objem čiastkovej vzorky a tiež hmotnosť alebo objem hrubej (základnej) vzorky, z ktorej sa následne pripraví skúšobná vzorka.

3.3 Pre odber čiastkových vzoriek je dôležité najmä to, aby súhrn čiastkových vzoriek (hrubá, resp. základná vzorka) bol reprezentatívny pre vzorkovaný celok. Pre vzorkovanie sypkých a zrnitých materiálov je táto problematika uvedená v slovenskej technickej norme.⁸⁾

⁸⁾ STN 01 5111 Vzorkovanie sypkých a zrnitých materiálov (01 5111).

4. VEĽKOSŤ VZORKY

4.1 Pri vzorkách zrnitých odpadov je ich veľkosť závislá od ich vlastností. Pre vzorky homogénnych odpadov drobno zrnitých alebo prachových a pre vzorky nehomogénnych, alebo hrubo zrnitých odpadov orientačne stanovuje veľkosť slovenská technická norma.⁹⁾

4.2 Veľkosťou čiastkovej vzorky kvapalných a pastovitých odpadov sa napríklad zaoberá technická norma.⁷⁾

4.3 Veľkosť vzorky sa tiež určí v závislosti od spôsobu analýzy podľa slovenskej technickej normy¹⁰⁾.

4.4 Odber vzoriek tuhého odpadu prebieha podľa vopred stanoveného plánu, ktorý má byť vypracovaný s ohľadom na účel odberu. Celkové množstvo odobratej vzorky má byť dostatočne veľké na to, aby bolo možné vykonať všetky potrebné skúšky a analýzy a aby bolo možné pripraviť tiež rezervné a rozhodujúce vzorky. Plán odberu vzoriek obsahuje určené rozdelenie jednotlivých vzoriek v rámci celého posudzovaného množstva odpadu. Takisto je potrebné brať do úvahy skutočnosť, či ide o pohyblivý prúd odpadu (dopravné cesty - potrubia, dopravníky) alebo o statický odpad (haldy, odkaliská).

4.5 Pri odbere vzoriek z pohyblivých prúdov odpadu (napríklad dopravné zariadenia alebo ich výsyvky) je nutné zabezpečiť, aby odobratá vzorka zodpovedala priemernému zloženiu celkovo prepravovaného odpadu. Toto sa dosahuje odoberaním čiastkových vzoriek z prúdu odpadu v takých zvolených časových intervaloch, aby boli spoľahlivo zachytené jeho možné nehomogenity. Touto problematikou sa napríklad zaoberá slovenská technická norma.⁹⁾

4.6 Minimálny počet potrebných vzoriek závisí od strednej veľkosti zrna odpadu a od celkového posudzovaného množstva. Minimálny počet jednotlivých odobratých vzoriek sa určí na základe tabuľky č. 5.

Tabuľka č. 5 Minimálny počet odobratých vzoriek v závislosti od zrnitosti a množstva odpadu.

Veľkosť zrna	Minimálny počet jednotlivých vzoriek					
	z pohyblivého odpadu		zo stojaceho odpadu			
			z dopr. prostried.		na skládkach	
> 20 mm	< 50 t	> 50t	3 na vozidlo	<50	50-150 t	>150 t
< 20 mm	5	1 /10 t		5	1 /10 t	15
	3	3 /50 t		3	3 /50 t	8

⁹⁾ STN 65 0511 Vzorkovanie zrnitých hmôt (65 0511).

¹⁰⁾ STN EN ISO 3170 Ropné kvapaliny. Ručný odber vzoriek (ISO 3170) (65 6005).

4.7 Minimálna hmotnosť jednotlivej vzorky je závislá od objemu, prípadne hmotnosti najväčšieho zrna odpadu, z ktorého sú vzorky odoberané a približne sa dá vypočítať podľa nasledujúceho vzorca:

$$G = 0,06 \cdot d$$

kde G je minimálna hmotnosť jednotlivej vzorky, v kg
 d je maximálny priemer jednotlivého zrna odpadu, v mm.

4.8 Ak sa z dôvodu zníženia počtu vzoriek už na mieste odberu pripraví z jednotlivých čiastkových vzoriek priemerná zmesová vzorka alebo proporcionálna zmesová vzorka pri zachovaní veľkosti zrna a vlastností, potom minimálna hmotnosť jednotlivej čiastkovej vzorky zodpovedá požiadavkám tabuľky č. 6.

Tabuľka č. 6 Minimálna hmotnosť čiastkovej vzorky v závislosti od maximálnej veľkosti zrna ^{b)}

Max. veľkosť zrna vzorky [mm]	Min. hmotnosť čiastk. vzorky v závislosti od heterogenity odpadu	
	Prevažne homog. materiál [kg]	Veľmi heterog. materiál [kg]
120	50	200
30	10	30
10	1	1,5
3	0,15	0,15

^{b)} Pri veľkostiach zrn nad 120 mm je možné veľkosť zrn zmenšiť, aby bolo možné orientovať sa podľa tabuľky č. 1.

5. ZARIADENIA NA ODBER VZORIEK

Použitie zariadení na odber vzoriek (vzorkovačov) jednotlivých druhov odpadov je dané výlučne skupenstvom odpadov. Pre každý druh materiálu je v jednotlivých slovenských technických normách predpísaná sada vhodných vzorkovačov s presným popisom a vhodnou oblasťou ich použitia.

5.1 Zariadenia na odber vzoriek tuhých odpadov

5.1.1 Vzorkovač na odber vzoriek tuhých odpadov má spĺňať nasledujúce podmienky:

- pri odbere sa nesmie výrazne zmeniť sledovaná vlastnosť materiálu,
- vzorka musí byť odobratá presne z miesta, v ktorom sa vzorkovač nachádza alebo z jeho definovaného okolia,
- vzorkovač musí odobrať všetok materiál z určeného priestoru,
- odobratý materiál sa zo vzorkovača nesmie samovoľne vysypať,
- vzorkovač musí byť ľahko vyprázdniteľný a čistiteľný,
- materiál použitý na zhotovenie vzorkovača musí byť odolný voči vzorkovanému materiálu.

5.1.2 Vzorkovače sa podľa stavu vzorkovaného materiálu delia na vzorkovače na odoberanie materiálu

- v pokoji
 - na horizontálny odber,
 - na vertikálny odber,
- v pohybe:
 - po zastavení dopravníka,

2. bez zastavenia dopravníka,
3. na ručný odber,
4. na mechanický odber,
5. na automatický odber.

5.1.3 Používané vzorkovače sú

- a) vzorkovacia lopatka,
- b) trubkový vzorkovač so zrezaným koncom,
- c) trubkový vzorkovač s plnou špičkou a pozdĺžnym výrezom,
- d) dvojplášťový vzorkovač,
- e) vzorkovacia kopia,
- f) vzorkovacia šablóna,
- g) stierka,
- h) vzorkovacia lopata,
- i) vzorkovacia krabica.

5.1.4 Na odber vzoriek tuhých odpadov možno použiť ručné zemné vrtáky, ktoré sa používajú na odber vzoriek pôd a umožňujú odber jednotlivých čiastkových vzoriek z rôznych hĺbok (do hĺbky cca 120 cm).

5.2 Zariadenia na odber vzoriek kalov a pastovitých odpadov

5.2.1 Požiadavky na vzorkovače na odber vzoriek kalov:

- a) materiál vzorkovača nesmie umožňovať vznik elektrostatického náboja a nesmie ľahko podliehať korózii,
- b) vzorkovač musí byť ľahko ovládateľný, dokonale tesný, musí umožňovať ľahké vyprázdňovanie a čistenie,
- c) vzorkovač musí umožňovať odber vzorky z príslušného miesta,
- d) vzorkovač musí umožňovať odber potrebného množstva vzorky.

5.2.2 Hlavné typy vzorkovačov na odber vzoriek kalových odpadov:

- a) kontinuálna vertikálna sonda podľa Welcha,
- b) Coriho nasávač,
- c) Rawsonov nasávač,
- d) Macanov drapák,
- e) Friedingerov drapák,
- f) drapák typu Ekman – Birge,
- g) Leľákova modifikácia Lenzovho zónačného drapáku,
- h) Lenzove sondy,
- i) naberačka,
- j) otvorená vzorkovacia trubica,
- k) vzorkovacia trubica so spodným uzáverom,
- l) stierka,
- m) žliabkový vzorkovač,
- n) trubicový vzorkovač,
- o) špirálový vzorkovač.

5.3 Zariadenia na odber vzoriek kvapalných odpadov

5.3.1. Zariadenia vhodné na odber vzoriek kvapalných odpadov sú uvedené napríklad v technických normách.¹¹⁾

5.3.2 Na odber kvapalných vzoriek sa používajú predovšetkým ponorné odberové fľaše a odberové trubice, ktoré môžu byť otvorené alebo uzavreté. Tieto zariadenia umožňujú odber vzoriek z presne definovanej hĺbky.

5.3.3 Na odber vzoriek kalových a kvapalných odpadov je vhodné konštrukčne nenáročné zariadenie - trubica dĺžky cca 1,5 m, ktorá je na spodnom konci vybavená pohyblivým uzáverom. Je možné vyrobiť dva typy zariadenia, a to z plastu alebo zo skla. O použití konkrétneho typu zariadenia rozhoduje charakter daného odpadu.

Plastový typ je vhodný pre všetky druhy kvapalných a kalových odpadov s výnimkou odpadov obsahujúcich ketóny, nitrobenzén, dimetylformamid, mezityloxid alebo tetrahydrofurán.

Sklenený typ je vhodný pre všetky druhy kvapalných a kalových odpadov s výnimkou odpadov obsahujúcich kyseliny fluorovodíkovú a koncentrované roztoky lúhov.

5.4. Vhodnosť jednotlivých zariadení na odber vzoriek rôzneho druhu

V tabuľke č. 7 je uvedený prehľad použiteľnosti rôznych odberových zariadení na odber vzoriek rôznych druhov odpadu.

Tabuľka č. 7 Vhodnosť jednotlivých zariadení na odber vzoriek rôzneho druhu

Odberové zariadenie	Priemyslové odpady				Tepelne upravené zvyšky	Kompost	Čistiar. kaly	
	kvap.	tuhé	kal tuhý	kal kvap.			kvap.	tuhé
Vzorkovacia vŕtačka		*			*	*		
Vzorkovací rýľ		*			*	*		
Lopata ^{1), 2), 3)}		*			*	*		
Záchytná krabica ^{2), 3)}		*			*	*		
Štrbinový vzorkovač ²⁾		*			*	*		
Žľaby ³⁾		*			*	*		
Rýpadlá ⁴⁾		*			*	*		
Špachtľa			*					*
Špirálový vzorkovač			*					*
Žliabkový vzorkovač			*					*
Dutinový vzorkovač			*					*
Naberačka	*		*	*			*	*
Otvor. nasávací vzorkovač	*			*			*	

¹¹⁾ STN EN ISO 5667-3 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 3: Konzervácia vzoriek vody a manipulácia s nimi (ISO 566-37) (75 7051).

STN EN ISO 3170 Ropné kvapaliny. Ručný odber vzoriek (ISO 3170) (65 6005).

STN 65 0512 Vzorkovanie kvapalín (65 0512).

Uzavr. nasávací vzorkovač	*			*			*	
Ponorná fľaša	*			*			*	

¹⁾ Odber vzoriek z nehybného odpadu

²⁾ Odber vzoriek z prúdu padajúceho odpadu

³⁾ Odber vzoriek z diskontinuálne odpadávajúceho odpadu

⁴⁾ Odber vzoriek z odstavených výrobných zariadení.

6. VÝBER VHODNÉHO OBALU NA ODOBRATÚ VZORKU

6.1 Odoberaté vzorky sa uchovávajú v širokohrdlých nádobách o objeme 500 ml až 2000 ml.

6.2 Materiál, pevnosť a vyhotovenie obalov majú byť prispôsobené fyzikálnym (skupenstvo a tvar), chemickým (agresivita) a iným vlastnostiam transportovaných vzoriek odpadov (tabuľka č. 8). Pri transporte treba dbať na to, aby na vonkajšej strane obalu nebol zachytený žiaden odpad, ktorý by mohol viesť k ohrozeniu, ovplyvneniu znečisteniu osôb alebo dopravných prostriedkov.

Tabuľka č. 8 Odporúčané nádoby a uzávery pre rôzne typy odpadov

Typ odpadu	Nádoba	Uzáver
Olejové odpady (okrem pesticídov, uhľovodíkov, chlórovaných uhľovodíkov a fotosenzitívnych odpadov)	Fľaše PE, o objeme 1000 a 2000 ml, so širokým hrdlom	PE
Pesticídy, uhľovodíky a chlórované uhľovodíky	Sklenené fľaše so širokým hrdlom, o objeme 1000 a 2000 ml	Bakelitový s teflónovou vložkou
Fotosenzitívne odpady	PE alebo sklenené fľaše so širokým hrdlom, o objeme 1000 a 2000 ml	PE pre fľaše z PE, bakelitový s teflónovou vložkou pre sklenené fľaše

6.3 Obaly majú byť vyrobené tak, aby bolo pri transporte zamedzené úniku obsahu následkom zmeny tepelných, vlhkostných alebo tlakových podmienok.

6.4 Časti obalov, prichádzajúce do bezprostredného styku s odpadom, nemajú obsahovať súčasti, ktoré môžu s obsahom nebezpečne reagovať, vytvárať nebezpečné látky alebo tieto časti nebezpečne oslabiť. Ak sú vnútorné obaly transportované vo vonkajších obaloch, majú byť upravené tak, aby sa za bežných dopravných podmienok nemohli poškodiť (zlomiť alebo prederaviť). Ochranné vlastnosti vonkajšieho obalu však nemajú byť obmedzené. Vnútorné obaly s rôznymi vzorkami, ktoré by mohli navzájom nebezpečne reagovať, sa nemajú ukladať do jedného spoločného vonkajšieho obalu.

6.5 Vzorky tekutých, pastovitých odpadov a vzorky kalov možno plniť iba do obalov, ktoré sú tesné a majú primeranú odolnosť voči vnútornému tlaku, ktorý môže za normálnych podmienok prepravy vzniknúť. Ak sa plnia obaly týmito vzorkami, v obale musí zostať

nevyplnený priestor, aby bolo zabezpečené, že pri teplotných vplyvoch nebude dochádzať ani k unikaniu kvapaliny, ani k trvalej deformácii obalu.

6.6 Ak sa môže z obsahu obalu uvoľňovať plyn (zvyšovaním teploty alebo z iných dôvodov) a tým môže nastať neprípustný pretlak, obal opatrený odvetrávacím zariadením, aby vystupujúci plyn vzhľadom na svoju toxicitu, zápalnosť a množstvo nespôsobil žiadne nebezpečenstvo. Toto zariadenie má byť prispôsobené proti úniku tekutiny za bežných prepravných podmienok, ako aj vnikaniu cudzích látok do obalu. Obal musí odolávať očakávaným tlakom.

6.7 Nádoby odolné proti škodlivinám musia byť naplnené až po hrdlo a utesnené. Na pôdu znečistenú ropnými látkami sa použijú nádoby z čierneho plechu s rozperným poistným kruhom a gumeným tesnením.

6.8 Pri odbere vzoriek najprv odoberáme neznečistené alebo málo znečistené vzorky, aby sa zamedzilo kontaminácii škodlivín do ostatných vzoriek.

7. POPIS TECHNIKY ODBERU ČIASTKOVEJ VZORKY

7.1 Technika odberu jednotlivkej čiastkovej vzorky je závislá výlučne od charakteru a skupenstva odpadu.

7.2 Na odber zrnitých odpadov je postup odberu čiastkovej vzorky uvedený v slovenskej technickej norme,⁹⁾ kde je metóda odberu rozdelená podľa zrnitosti materiálu.

7.3 Na odber sypkých a zrnitých odpadov je napríklad v slovenskej technickej norme⁸⁾ technika odberu popísaná pre

- a) malé množstvo materiálu v pokoji,
- b) veľké množstvo materiálu v pokoji,
- c) materiál v pohybe.

7.4 Na odber kvapalných a pastovitých odpadov je technika odberu popísaná v slovenskej technickej norme⁶⁾, kde je uvedený odber vzoriek nízko viskózných kvapalín, stredne a vysoko viskózných kvapalín, odber vzoriek heterogénnych zmesí a odber pastovitých materiálov.

8. ÚPRAVA VZORKY

8.1 Odobraté množstvo vzorky (hrubá vzorka) je zvyčajne niekoľkonásobne väčšie, ako množstvo potrebné na vykonanie požadovaných skúšok a analýz, preto pri príprave laboratórnej vzorky sa hmotnosť vzorky zmenší bez toho, aby sa zväčšila chyba odberu a zároveň, aby hmotnosť vzorky bola postačujúca na prípravu aj vzoriek rezervných a rozhodujúcich.

8.2 Odobraté množstvo sypkých a zrnitých odpadov sa za účelom prípravy laboratórnej vzorky upravuje týmito operáciami:

- a) zmenšovanie veľkosti častíc (drvenie alebo mletie),
- b) homogenizácia,
- c) rozdeľovanie.

Jednotlivé postupy sú popísané v technickej norme¹²⁾.

8.3 Na manuálne zmenšovanie častíc sa používajú trecie misky alebo mažiare, ktorých výhodou je možnosť jednostupňového zmenšenia veľkosti častíc veľmi rôznorodej zrnitosti na pomerne jednotný rozmer. Nedostatkom tejto metódy je fyzická námaha a možnosť úletu jemných častíc.

8.4 Na mechanické zmenšovanie častíc sa používajú drviče (pre rozmer častíc 100 mm až 300 mm) a mlyny pre jemné výsledné zrnitosti.

8.5 Homogenizáciu malých množstiev vzorky možno vykonávať ručne, pri väčších množstvách vzorky sa používajú laboratórne miešačky rôznej konštrukcie.

8.6 Záverečnou operáciou je rozdeľovanie vzorky na menšie časti, na čo sa obvykle používa delenie kvartovaním (pri celkovom množstve vzorky maximálne niekoľko desiatok kg).

8.7 Konečnú úpravu vzorky zrnitého odpadu na vzorku analytickú popisuje slovenskej technickej norme.⁸⁾

8.8 Ak sa vzorky určené na analýzu nespracovávajú ihneď, uchovávajú sa v chladničke. Pri vzorkách kalov s veľkým podielom mikrobiálne ľahko odbúrateľnej organickej hmoty, v niektorých prípadoch dochádza pomerne rýchlo k biochemickým procesom, ktoré podstatne menia chemické, prípadne aj fyzikálne vlastnosti. Napríklad v surovom čistiarenskom kale sa môže už v priebehu niekoľkých hodín zmeniť pH, koncentrácia prchavých organických kyselín, rýchlo dochádza k redukcii dusičnanov, dusitanov i síranov, pokiaľ ich kal obsahuje. Tieto ukazovatele treba stanoviť ihneď po odbere.

Na stanovenie fyzikálnych vlastností sa vzorky nekonzervujú.

8.9 Na konzerváciu niektorých kvapalných vzoriek je možné použiť spôsoby konzervácie uvedené napríklad v technických normách.¹³⁾

8.10 Ak sa majú stanovovať zlúčeniny, ktoré sa na vzduchu veľmi rýchlo oxidujú (napríklad Fe^{2+} soli), je nutné niektoré vzorky ihneď po odbere v teréne konzervovať.

Napríklad:

1. amoniakálny a organický dusík sa konzervuje asi 1 ml konc. H_2SO_4 na 100 g vzorky,
2. pre stanovenie celkovej síry sa vzorka konzervuje 70% roztokom NaOH,
3. potlačenie rozkladných procesov sa konzervuje chloroformom.

8.11 Pri úprave vzorky treba zohľadňovať požiadavky na skúšanie a analýzu vzorky podľa analytických metód.

¹²⁾ STN EN 15002 Charakterizácia odpadov. Príprava skúšobných častí z laboratórnej vzorky (83 8203).

¹³⁾ STN EN ISO 5667-3 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 3: Konzervácia vzoriek vody a manipulácia s nimi (ISO 566-37) (75 7051).

STN EN ISO 5667-13 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 13: Pokyny na odber vzoriek kalov (ISO 5667-13) (75 7051).

9. VEĽKOSŤ VZORKY NA ANALÝZU A SKÚŠANIE

9.1 Rozdelenie laboratórnej vzorky na vzorku skúšobnú (analytickú), rezervnú a prípadne rozhodujúcu je mimoriadne dôležité a má byť vykonané tak, aby počas procesu rozdeľovania laboratórnej vzorky nevznikla možnosť rozdielov sledovaných vlastností medzi jednotlivými vzorkami.

9.2 Veľkosť jednotlivých vzoriek (skúšobnej, rezervnej a rozhodujúcej) je jednoznačne daná množstvom vzorky odpadu potrebným pre vykonanie všetkých potrebných skúšok a stanovení. Každá z týchto vzoriek má obsahovať štvornásobné množstvo materiálu, ktoré je potrebné pre vykonanie všetkých požadovaných skúšok a stanovení.

9.3 Minimálna veľkosť jednej vzorky okrem prípadov, kde veľké kusy odpadu vyžadujú väčšiu veľkosť :

- a) homogénny odpad 1000 g alebo 1000 ml
- b) heterogénny odpad 1000 g alebo 1000 ml.

10. SPÔSOB OZNAČOVANIA A PEČATENIA VZORIEK

10.1 Každá odobratá vzorka odpadu má byť označená tak, aby nemohli vzniknúť prípadné neskoršie pochybnosti o jej pôvode, a aby ju bolo možné kedykoľvek jednoznačne identifikovať. Každú odobratú vzorku je potrebné jednoznačne označiť.

10.2 Z týchto dôvodov je potrebné označiť každú vzorku etiketou, obsahujúcou údaje podľa vzoru na obrázku 1. Na tento účel sú vhodné papierové štítky potiahnuté priehľadnou fóliou alebo visačky.

10.3 Na overenie pôvodu odobratých vzoriek odpadov je vhodné ich zapečatenie, aby sa v prípade neskorších sporov predišlo pochybnostiam o ich pravosti. Na tento účel slúžia papierové pečate, ktoré musia obsahovať informácie podľa vzoru na obrázku 2.

Obrázok 1 Etiqueta na označenie vzorky

Názov odpadu:
Evidenčné č. protokolu o odbere vzorky:
Miesto odberu:
Vzorkár (meno a priezvisko) : Ident. č. vzorkára:

P E Č A Ť V Z O R K Y	
Názov odpadu:	
Evidenčné č. protokolu o odbere vzorky:	
Objednávka č.:	
Názov dodávateľa:	
Názov objednávateľa:	
Celková hmotnosť vzorky: Typ vzorky:	
Vzorkár (meno a priezvisko):	
V dňa	

11. SPÔSOB UCHOVÁVANIA VZORIEK A DOBA ICH USKLADNENIA

11.1 Vzorky sa uchovávajú v riadne zabezpečených priestoroch, kde sú vytvorené vhodné podmienky na ich skladovanie (teplota, vlhkosť vzduchu). Vzorky, najmä rozhodujúce a rezervné, majú byť spoľahlivo zaistené pred neoprávnenou manipuláciou, hlavne z dôvodu, aby pri neskorších sporoch nemohlo vzniknúť podozrenie z neoprávnenej manipulácie so vzorkami.

11.2 Pri odovzdaní vzorky na spracovanie urobí vzorkár do terénneho denníka záznam o dátume a čase odovzdania vzorky s presným názvom organizácie, ktorá vzorku preberá. Terénny denník obsahuje meno, priezvisko a podpis pracovníka preberajúceho vzorku.

11.3 O držaní vzorky sa vedie záznam, v ktorom sa uvedie kto a kedy prišiel s dotyčnou vzorkou do styku. Pri odovzdávaní a preberaní vzorky sa do záznamu o držaní vzorky uvedie meno a priezvisko odovzdávajúcej osoby, jej podpis, dátum a čas odovzdania a prevzatia vzorky, meno a priezvisko a podpis osoby preberajúcej vzorku a tiež poznámka o stave pečate vzorky v čase jej odovzdania a prevzatia.

11.4 Niektoré zvláštne opatrenia súvisiace s požiadavkami na teplotu pri skladovaní vzorky, zamedzenie úniku plynov a prchavých látok, vplyv atmosféry okolitého prostredia a iné sú podrobne špecifikované v predpisoch pre skúšanie alebo analýzy vzoriek odpadov.

11.5 Za účelom potreby v neskorších arbitrážnych sporoch, je potrebné uchovávanie rozhodujúcich vzoriek pri skladovacích podmienkach minimálne 12 mesiacov od dňa ich odberu.

12. PROTOKOL O ODBERE VZORIEK A TERÉNNY DENNÍK

12.1 Protokol o odbere vzorky

O odbere vzoriek sa vypracúva protokol na formulári podľa vzoru uvedeného v prílohe č. 1. Pri jeho vyplňaní je dôležité postupovať podľa vysvetliviek (uvedených kurzívou).

12.2 Terénny denník

12.2.1 Pri odbere vzoriek odpadu je potrebné všetky informácie týkajúce sa terénu alebo vlastného odberu vzoriek zaznamenať do terénneho denníka. Podmienky odberu vzoriek odpadov sa môžu významne zmeniť, preto sa zaznamenajú informácie umožňujúce objektívnu rekonštrukciu situáciu pri odbere vzoriek bez spoliehania sa na pamäť vzorkára.

12.2.2 Terénny denník je zvyčajne viazaná kniha formátu A4, strany denníka by mali byť očíslované a denník je potrebné uložiť na bezpečnom mieste.

12.2.3 Záznamy v denníku obsahujú najmenej tieto údaje:

- a) účel vzorkovania,
- b) miesto vzorkovania (napríklad prepravca, miesto zneškodnenia) a adresa,
- c) meno a adresa kontaktu s terénom,
- d) pôvodca odpadu a jeho adresa,
- e) typ procesu pri ktorom odpad vznikol (pokiaľ je známy),
- f) druh odpadu (napríklad kal),
- g) deklarované zložky a ich koncentrácie,
- h) počet a objem odobratých vzoriek,
- i) popis vzorkovacieho bodu,
- j) dátum a čas odberu vzoriek,
- k) identifikačné číslo vzorkára,
- l) distribúcia vzorky (napríklad laboratórium, prepravca),
- m) prílohy, ako sú mapy alebo fotografické snímky miesta odberu,
- n) terénne pozorovania,
- o) všetky terénne merania.

13. BEZPEČNOSŤ PRÁCE A OCHRANA ZDRAVIA

Pri odbere vzoriek a manipulácii s nimi je potrebné dodržiavať bezpečnosť práce a ochranu zdravia.

Medzi základné povinnosti pri odbere vzoriek odpadov patrí predovšetkým:

- a) poskytnutie riadnej výstroje vzorkárovi,
- b) riadne inštruovať vzorkára,
- c) zaistenie bezpečného prístupu k miestu odberu a späť,
- d) riadne vybavenie pracovného priestoru na odber,
- e) zabezpečenie predpísaných vzorkovačov a vzorkovníc,
- f) zaistenie bezpečnej prepravy vzoriek,
- g) zaistenie riadneho uskladnenia vzoriek,
- h) zaistenie identifikácie vzoriek.

14. PODMIENKY PRE TRANSPORT VZORIEK

14.1 Všeobecne

14.1.1 V súvislosti s odberom vzoriek odpadov a skladovaných látok vyplýva požiadavka neodkladne dopraviť vzorky na príslušné skúšobné pracovisko za podmienok, ktorými sa zabráni počas prepravy nevratným zmenám s vplyvom na výsledky analýz.

14.1.2 Transport vzoriek si vyžaduje uskutočniť rad technických opatrení, ktoré závisia od ich druhu, množstva a vlastností.

14.1.3 Pri transporte odpadov sa zohľadňujú tieto kritériá:

- a) druh, množstvo a vlastnosti skúšobného materiálu,
- b) druh nádob na vzorky a správanie sa vzoriek,
- c) reakcie látok prítomných vo vzorkách, spôsobujúcich napríklad vývoj tepla, vznik plynov a pod., možné ohrozenie vodiča, prepravného prostriedku a cestnej dopravy,
- d) nevratné chemické a fyzikálne zmeny vzoriek počas prepravy,
- e) rýchlosť vykonania analýz.

14.2 Opatrenia na zaistenie vzoriek počas prepravy

14.2.1 Opatrenia sa vzťahujú na nehomogénne materiály. V niektorých zariadeniach (sklárky odpadov, spaľovne, kompostárne, úpravne, prípadne zariadenia na zneškodňovanie toxických kalov a kvapalných odpadov) sa odber vykonáva vo väčšom množstve podľa druhu a stavu odpadov a so zreteľom na reprezentatívnosť vzorky. Odoberané vzorky sa rozdeľujú na menšie vzorky až na mieste, kde sa analyzujú.

14.2.2 Vzorky sú plnené podľa skupenstva (tuhé, kvapalné) do rozličných nádob, ktoré sa bezpečne uložia do pripravených dopravných prostriedkov.

14.2.3 Pri voľbe dopravného prostriedku je nutné brať do úvahy technické parametre vozidla, jeho výbavu, úložný priestor, druh a množstvo prepravovaných vzoriek a druh použitých prepravných nádob.

Nestabilné vzorky, prípadne balené v ľahko rozbitných nádobách sa ukladajú v stabilných prepravkách.

14.3 Ochrana pred škodami spôsobenými látkami prítomnými vo vzorkách počas prepravy

14.3.1 Pre každý prípad osobitne je potrebné zabezpečiť zodpovedajúce bezpečnostné opatrenia počas prepravy, úmerne k zisteným vlastnostiam odpadu. Ak nadriadené miesta alebo príslušné pracovisko nenariadi inak, je k tomu oprávnený pracovník odoberajúci vzorky.

14.3.2 Pri navrhovaní opatrení na zabránenie vzniku škôd sa vychádza z predpokladaných reakcií látok obsiahnutých v odpadoch, ktoré môžu byť iniciované napríklad otrasmí pri preprave, zahriatím (pôsobením slnečného žiarenia), zmiešaním rôznych vzoriek v dôsledku netesných nádob alebo ich rozbitia. Tieto vplyvy je potrebné vylúčiť.

14.3.3 Posúdenie reakcie sa môže zakladať (ak o odpade nie sú k dispozícii žiadne poznatky) na vyžiadaných informáciách od pôvodcu, prepravcu alebo od spracovateľa odpadu.

14.4 Chemické a fyzikálne zmeny vzoriek pri preprave

14.4.1 Pôsobením vzdušného kyslíka, svetla, tepla, vlhkosti a iných vplyvov, ako aj dlhšou dobou skladovania môžu nastať chemické a fyzikálne zmeny zloženia vzoriek, ktoré skreslia výsledky analýz. Tieto faktory sa dajú vhodnými technickými opatreniami vylúčiť alebo aspoň minimalizovať. Pri vzorkách citlivých na teplo a svetlo je možné vytvoriť dostatočnú ochranu ich uložením na správnom mieste.

14.4.2 Ak sa fyzikálne vlastnosti, najmä zrnitosť alebo vlhkosť odpadov, nemôžu hodnotiť priamo na mieste odberu, vykonajú sa technické opatrenia na minimalizáciu vplyvov spôsobujúcich ich zmeny.

14.4.3 Informácie o očakávaných vplyvoch a im zodpovedajúcich zmenách odpadov sa dajú, ak ide o prvýkrát odoberanú vzorku, získať z protokolu o odbere vzoriek, prípadne z údajov poskytnutých inštitúciami zodpovednými za problematiku nakladania s odpadmi. Pri opakovane odoberaných vzorkách odpadov môžu poskytnúť potrebné informácie priamo pracoviská, v ktorých už boli tieto vzorky analyzované.

Protokol o odbere vzoriek odpadov

Číslo protokolu:

Názov a adresa dodávateľa:

(organizácie, ktorá vykonala odber)

Identifikačné číslo oprávnenia na odber vzoriek/vzorkára:

1. Odber vzorky vykonaný na účely:

(na podnet/dôvod odberu)

2. Číslo objednávky:

3. Objednávateľ odberu vzorky

Názov organizácie:

Adresa organizácie:

Zodpovedný pracovník (meno a priezvisko):

IČO:

Telefónne číslo:

e-mail:

4. Miesto vzniku odpadu

Okres/oblasť:

Obec/miesto:

Podnik, výrobný úsek, prevádzka, stredisko:

5. Miesto a bod odberu vzorky

Okres/oblasť:

Obec/miesto:

Skládka, medziskládka, sklad, zásobník, atď:

Podnik, výrobný úsek, prevádzka, stredisko:

6. Náčrt polohy

S označením miesta odberu, lokalizácie skládok, vodných tokov, zdrojov pitnej vody, ciest, budov, označenie hraníc inundačných území v prípade, že do predmetnej lokality inundačné územia zasahujú. Miesto odberu vzoriek má byť tak vyznačené, aby ho bolo kedykoľvek možno nájsť. Ak sú vzorky odobraté v objekte podniku, môžu sa tu uviesť údaje o tom, v ktorej časti podniku boli odobraté, v ktorom oddelení, prípadne v ktorej časti výroby odpad vzniká. Tiež sa tu uvedú ďalšie podrobnejšie pozorovania v bližšom a vzdialenejšom okolí.

7. Celkové množstvo vzorkovaného materiálu (t, m³):

8. Typ vzorky:

9. Názov druhu odpadu:

10. Spôsob a technika odberu:

Treba uviesť údaje o zariadení použitom na odber vzoriek a treba uviesť, či ide o jednotlivú alebo zmesovú vzorku. Pri zmesovej vzorke je potrebné uviesť z koľkých jednotlivých vzoriek bola pripravená.

11. Počet odobratých vzoriek:

12. Označenie vzorky:

Údaje o vzorke zhodné s etiketou na označenie vzorky.

13. Množstvo odobratej vzorky:

14. Dátum a čas odberu vzorky:

Vzorky sú jednoznačne označené dátumom a časom odberu a označením vzorky.

15. Predpokladaný výskyt škodlivín vo vzorke:

Uvedú sa látky prichádzajúce do úvahy a na základe akých skutočností vznikli tieto predpoklady. Ďalej sa má uviesť, či je nebezpečenstvo kontaminácie spodných vôd.

16. Popis odpadu pri odbere vzorky:

Aby bolo možné odpad jednoznačne identifikovať a tiež zistiť neskoršie zmeny, je nutný nasledujúci popis:

17. Farba, pach:

18. Skupenstvo:

Údaje, či ide o kvapalnú (resp. kalovú) alebo pevnú vzorku.

Konzistencia/homogenita

Potrebné je uviesť, či ide o homogénny alebo nehomogénny odpad.

Granulometrické zloženie/zrornosť

Pri zrnitých vzorkách je potrebné uviesť, či je materiál približne rovnakej zrnitosti, ak nie treba uviesť približnú veľkosť zrna.

19. Spôsob uskladnenia vzorky:

20. Doba skladovania:

Odhad doby, počas ktorej odpad už je na skládke alebo prechodne uskladnený.

21. Vplyvy na odpad:

Napríklad poveternostné podmienky, dážď- tieto údaje môžu slúžiť na odhadnutie možného vzniku škôd.

22. Vzorkovnica

Druh nádoby, uzáver:

Tu je potrebné uviesť, či ide o sklenenú alebo plastovú nádobu a druh uzáveru, napríklad závitový alebo zábrusový uzáver.

Množstvo vzorky:

Objem, hmotnosť vzorky vo vzorkovnici.

23. Prítomní/svedkovia

Mená, priezviská a adresy osôb prítomných pri odbere vzoriek.

24. Porovnávací odber vzoriek:

Ak bol urobený – meno, priezvisko a adresa pracovníka odoberajúceho vzorky a jeho zamestnávateľa.

25. Pozorovania pri odbere:

Tu sa popíšu prípadné zmeny farby, vývoj plynov alebo tepla v odpade.

26. Predbežné posúdenie pri odbere, výsledok:

Napríklad hodnota pH, použitie skúšobných trubičiek.

27. Spracovanie a úprava vzoriek pred skúšaním, analýzou:

Údaje o prípadných krokoch podniknutých na stabilizáciu odpadov pred a pri transporte a skladovaní, čo by mohlo mať význam pri prípadných neskorších zmenách (konzistencia, oddeľovanie fáz, farba). Napríklad chladenie vzorky môže byť užitočné.

28. Zvláštne poznámky k odberu:

Sem sa zapíšu ďalšie informácie ktoré môžu byť dôležité pri hodnotení vzoriek.

29. Správa pre skúšobné pracovisko:

Napríklad informácia o rozsahu, účele odberu vzoriek.

Odber vykonal:

(meno, priezvisko a podpis vzorkára, evid. č. terénneho denníka)

Za dodávateľa:

Meno, priezvisko a podpis zodpovedného pracovníka dodávateľskej organizácie a pečiatka dodávateľskej organizácie.

Za objednávateľa:

Meno, priezvisko a podpis zodpovedného pracovníka a pečiatka organizácie.

V

dňa

PRÍPRAVA VODNÉHO VÝLUHU Z MONOLITICKÉHO ODPADU A ODPADU PO ÚPRAVE

Tento postup upravuje postup prípravy vodného výluhu z monolitického odpadu a odpadu po niektorých úpravách, ktorých cieľom je spevnený odpad. Napríklad úprava odpadu stabilizáciou alebo solidifikáciou.

Súčasťou postupu je aj výpočet a vyjadrenie výsledkov stanovení škodlivín vo výluhu hodnoteného odpadu.

1. PRINCÍP

Vzorka odpadu sa za definovaných (uzančne prijatých) podmienok vylúhuje vylúhovadlom a nerozpustené podiely sa oddelia filtráciou alebo odstredením.

Za výluh sa považuje kvapalná fáza získaná filtráciou. V prípade problémov pri oddeľovaní tuhej fázy od kvapalnej (vznik koloidného filtrátu, nefiltrovateľná suspenzia) sa použije odstredovanie.

V získanom výluhu sa stanovujú koncentrácie sledovaných škodlivín a ďalšie určené ukazovatele prijaté pre jednotlivé triedy skládok odpadov.

Stanovenie sledovaných chemických a ostatných ukazovateľov prijatých na hodnotenie vylúhovateľnosti odpadov sa uskutoční metódami uvedenými v osobitnom predpise.²⁾

Porovnaním výsledkov analýzy vodného výluhu odpadu s hodnotami ukazovateľov prijatými pre triedy skládok odpadov sa určí trieda skládky odpadov vhodná na jeho uloženie.

2. ROZSAH POUŽITIA

Uvedený postup prípravy vodného výluhu sa aplikuje len za predpokladu, že upravený odpad bol pripravený overenou technológiou a príslušnými štandardizovanými skúškami napríklad pevnosti v tlaku, nasiakavosti a mrazuvzdornosti používanými pre betóny a boli stanovené hodnoty, ktoré zaručia zachovanie spevneného odpadu v kompaktnom stave.

Uvedený postup prípravy vodného výluhu z odpadu je potrebné validovať pre všetky analyty, prijaté ako ukazovatele na hodnotenie vylúhovateľnosti odpadov.

3. RUŠIVÉ VPLYVY

Vzhľadom na uzančný charakter prípravy vodného výluhu na hodnotenie vylúhovateľnosti odpadu je potrebné prísne dodržať zásady prijaté pre prípravu vzorky na vylúhovanie a podmienky samotného vylúhovania.

Minimalizácia vplyvu podmienok na zloženie vodného výluhu je riešená presným opisom všetkých operácií pracovného postupu prípravy výluhu odpadov.

V priebehu prípravy je potrebné zamedziť kontaminácii vodného výluhu z odpadu sledovanými látkami a tiež dôsledne dbať na použitie vylúhovadla - vody predpísanej kvality.

4. PRÍPRAVA VZORIEK NA VYLÚHOVANIE

Z monolitických odpadov alebo upravovaných odpadov kusového charakteru (napríklad vo forme pevných transportovateľných kvádrov vytvorených liatím do foriem) sa odoberie skúšobná vzorka odpadu s rozmermi, ktoré zodpovedajú nasledujúcim kritériám:

- a) objem skúšobnej vzorky (V) je od $0,8 \text{ dm}^3$ do $2,5 \text{ dm}^3$;
- b) pomer povrchu vzorky (A) k jej objemu (V) je od 5 dm^{-1} do 12 dm^{-1} ;
- c) pomer výšky skúšobnej vzorky k jej šírke je v rozmedzí od 1,0 do 1,6.

PRÍKLAD - Skúšobná vzorka bude mať tvar kocky. Z objemu kocky V , ktorý má byť v zmysle požiadavky podľa písmena a) od $0,8 \text{ dm}^3$ do $2,5 \text{ dm}^3$, sa vypočítajú krajné hodnoty hrany kocky (a) pre $V = 0,8 \text{ dm}^3$, resp. $V = 2,5 \text{ dm}^3$ z rovnice:

$$a = \sqrt[3]{V}$$

Uvedeným krajným hodnotám objemu skúšobnej vzorky zodpovedá kocka s hranou v rozmedzí od 9,5 cm do 13,5 cm. Vtedy je splnená aj požiadavka podľa písmena b), podľa ktorej má byť pomer A/V od 5 dm^{-1} do 12 dm^{-1} .

Z hmotnosti skúšobnej vzorky sa následne v zmysle požiadavky, aby pomer $L/S = 10$, vypočíta objem vylúhovadla, ktorému treba prispôsobiť veľkosť fľaše použitej na vylúhovanie odpadu.

5. PRÍSTROJE, POMÔCKY, CHEMIKÁLIE

Vylúhovadlo: deionizovaná, demineralizovaná alebo destilovaná voda s elektrolytickou vodivosťou $< 0,5 \text{ mS/m}$, stupeň kvality 3 podľa technickej normy.¹⁴⁾

Chemikálie na konzerváciu výluhu z odpadu špecifikované v slovenskej technickej norme.¹²⁾

Bežné laboratórne zariadenia.

Filtračné zariadenie na filtráciu pri zmenšenom tlaku.

Premyté membránové filtre alebo podobné filtre (napríklad z chemicky inertného polytetrafluóretylénu (PTFE)) so strednou veľkosťou pórov $0,45 \mu\text{m}$ a priemerom podľa veľkosti použitého filtračného zariadenia.

Peristaltické čerpadlo s výkonom do 10 l.h^{-1} .

Elastická rúrka zo silikónového kaučuku s vnútorným priemerom podľa použitého čerpadla.

pH-meter.

Konduktometer.

Odstredivka s objemom nádobiek (zo skla alebo inertného plastu) min. 500 ml.

¹⁴⁾ STN EN ISO 3696 Kvalita vody na analytické účely. Špecifikácia a skúšobné metódy (ISO 3696) (68 4051).

Fľaše so širokým hrdlom zo skla alebo inertného plastu (PE, PPE, PTFE) s výpustom a objemom od 30 l do 50 l.

Pevné inertné polymérové vlákno s priemerom približne 2 mm.

Váhy s presnosťou váženia $\pm 0,1$ g (s váživosťou do 3000 g).

Odmerný valec na 1000 ml.

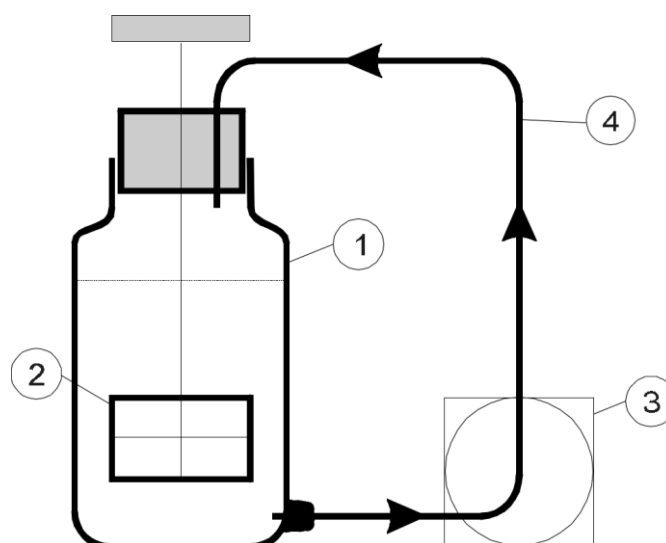
6. POSTUP PRÍPRAVY VÝLUHU

Na prípravu vodného výluhu odpadu sa použije uzavretý cirkulačný systém zostavený z fľaše so širokým hrdlom (s výpustom tesne nad dnom fľaše) a peristaltického rotačného čerpadla na kontinuálne prečerpávanie vylúhovadla (pozri obrázok 1).

Napríklad pri skúšobnej vzorke v tvare kocky s hranou 10 cm a s hustotou stabilizátu $3 \text{ kg}\cdot\text{dm}^{-3}$ bude hmotnosť skúšobnej vzorky 3 kg. Pri $L/S = 10$ sa tak na vylúhovanie použije 30 l vody, čomu musí zodpovedať veľkosť fľaše.

Na výpusť fľaše sa utesní rúrka zo silikónového kaučuku (požiadavka na elastický materiál rúrky je daná konštrukčným princípom peristaltického čerpadla). Vloží sa do peristaltického čerpadla a jej druhý koniec sa zasunie cez otvor na zátke do fľaše. Skúšobná vzorka s predpísanými rozmermi sa zavesí pomocou dostatočne pevného polymérového vlákna do fľaše naplnenej vodou (v množstve zodpovedajúcom pomeru $L/S = 10$) tak, aby bola približne 10 cm odo dna fľaše. Docieli sa tak, že celý povrch vzorky bude počas vylúhovania obmývať vylúhovadlo. Vzorka sa nechá najskôr v pokoji namáčať pri laboratórnej teplote (20 ± 3) °C tri hodiny. Po troch hodinách sa zapne čerpadlo. Výkon čerpadla sa nastaví tak, aby umožnil počas 24 hodín 6 až 8-krát prečerpať objem vody použitej na vylúhovanie odpadu. Vzorka sa po namáčaní lúhuje za stálej cirkulácie vody 24 hodín. Po 24 hodinách sa výluh získaný z upraveného odpadu alebo monolitického odpadu filtruje za rovnakých podmienok ako v prípade ostatných tuhých odpadov¹⁾.

Peristaltické čerpadlo umožňuje prečerpávať vodný výluh bez kontaktu s konštrukčnými časťami čerpadla. Nevhodné pre daný účel sú čerpadlá, ktoré vyžadujú čerpanú kvapalinu filtrovať.



Obrázok 1 Schéma zariadenia na vylúhovanie odpadu

- 1- fľaša na vylúhovanie
- 2 - skúšaná vzorka odpadu
- 3 - peristaltické čerpadlo
- 4 - rúrka zo silikónového kaučuku

7. UCHOVÁVANIE VÝLUHU

Uchovávanie výluhu je prípustné len za dodržania podmienok, ktorými sa čo najviac potlačia zmeny ovplyvňujúce výsledky stanovení škodlivín vo výluhu.¹⁵⁾

8. VYJADRENIE MNOŽSTVA ŠKODLIVÍN VO VÝLUHU Z ODPADU

Stanovené koncentrácie vylúhovateľných škodlivín sa vyjadri v mg.l^{-1} výluhu z odpadu.

Koncentrácie škodlivín vo výluhu sa vypočítajú ako výberový aritmetický priemer najmenej z troch paralelných stanovení urobených vo vzorke výluhu z odpadu vytvorenej zliatím najmenej troch paralelných výluhov. V prípade spevnených odpadov sa zlievajú alikvótne podiely z troch paralelných výluhov.

Príprava vodného výluhu je súčasťou stanovenia sledovaných škodlivín a merania fyzikálno-chemických vlastností a považuje sa za hlavný zdroj neistoty týchto skúšok na hodnotenie kvality výluhu. Opakovateľnosť prípravy vodného výluhu z odpadu sa hodnotí porovnaním elektrolytickej vodivosti paralelne pripravených výluhov sa nesmie líšiť o viac ako 10 relatívnych % od priemernej hodnoty vypočítanej po vylúčení odľahlých výsledkov.

Elektrolytická vodivosť je aditívna vlastnosť látok disociovaných vo vode, preto je predovšetkým mierou množstva anorganických elektrolytov v roztoku. Napriek tomu je potrebné nepovolený rozptyl výsledkov z merania elektrolytickej vodivosti považovať za relevantný na hodnotenie opakovateľnosti prípravy vodného výluhu z odpadu.

9. PROTOKOL O SKÚŠKE

Protokol o príprave výluhu na následné hodnotenie vylúhovateľnosti odpadu musí obsahovať:

1. číslo protokolu,
2. identifikačné údaje pracoviska a mená pracovníkov, ktorí výluh pripravili,
3. identifikačné údaje o skúšanej vzorke odpadu,
4. odvolanie na použitý postup prípravy vodného výluhu z odpadu a zdôvodnenie prípadných odchýlok od štandardizovaného postupu prípravy,
5. dátum prevzatia vzorky a vykonania prípravy výluhu z odpadu,
6. zvláštnosti pozorované pri príprave výluhu a vlastnosti získaného výluhu,
7. údaje týkajúce sa prípadnej konzervácie a uskladnenia výluhu,
8. meno, priezvisko a podpis pracovníka zodpovedného za prípravu výluhu.

¹⁵⁾ STN EN ISO 5667-3 Kvalita vody. Odber vzoriek. Časť 3: Konzervácia vzoriek vody a manipulácia s nimi (ISO 566-37) (75 7051).

SPRACOVANIE VÝSLEDKOV ANALÝZ ODPADOV A ICH VÝLUHOV

Tento postup upravuje všeobecný postup spracovania a vyhodnotenia výsledkov zo stanovení analytických parametrov v závislosti od účelu analýzy.

1. ÚČEL ANALÝZY

V súvislosti s nakladaním s odpadmi sa vyžadujú analýzy pre nasledujúce prípady:

- a) analýzy upravovaných odpadov,
- b) analýzy odpadov určených na zneškodnenie spaľovaním,
- c) analýzy odpadov pre prijímanie odpadov na skládky odpadov.

V zmysle uvedeného sa analyzujú nasledujúce vzorky odpadov:

- a) odpady v natívnom stave,
- b) vodné výluhy z odpadov,
- c) odpady po chemickej alebo fyzikálno-chemickej úprave,
- d) vzorky odpadov odobraté v priebehu procesu úpravy.

Parametre, ktoré sa stanovujú podľa písmena c) sa od ostatných líšia tým, že majú určené hraničné hodnoty. Z uvedeného vyplýva potreba zabezpečiť, aby chyba analýzy bola minimálna a ležala vo vopred určenom intervale.

Výsledky analýz na iné účely slúžia na určenie optimálnych podmienok úpravy, spracovania alebo zneškodnenia odpadu a v tomto zmysle sa požiadavka na správnosť stanovenia príslušného parametra dohodne so žiadateľom analýzy vopred.

Z uvedeného vyplýva, že požiadavky na parametre metód na stanovenie toho istého ukazovateľa sa môžu líšiť podľa účelu analýzy.

2. PARALELNÉ STANOVENIA

Za paralelné stanovenia sa vo všeobecnosti považujú analýzy súbežne vykonané na laboratórnej vzorke postupom zahrňujúcim parciálnu operáciu pracovného postupu stanovenia, ktorá najviac prispieva ku konečnej chybe stanovenia. Za takéto sa považujú najmä postupy určené na izoláciu, predseparáciu alebo koncentráciu stanovovaných škodlivín z matric analyzovaných vzoriek.

V prípade analýz na hodnotenie vylúhovateľnosti je najväčším zdrojom chýb príprava vodného výluhu z odpadu. Vzhľadom na objem výluhu, ktoré je potrebné pripraviť na stanovenie požadovaných ukazovateľov sa postupuje špecificky v tom zmysle, že výluhy pripravené z jednotlivých návažok odpadu sa spoja a stanovenia sa vykonávajú v spojenom výluhu.

Počet odporúčaných paralelných stanovení (n) pri splnení vyššie uvedenej podmienky pre analýzy vodných výluhov z odpadov je $n \geq 3$, u ostatných $n \geq 2$. Vyšší počet paralelných stanovení ako minimálny, t.j. viac ako 3, resp. 2 je potrebné požadovať vopred.

3. TESTOVANIE VÝSLEDKOV

Aplikované testovacie metódy predpokladajú Gaussove rozdelenie chýb výsledkov použitých analýz. Výsledky z paralelných stanovení (x_i) použité na výpočet priemernej hodnoty (\bar{x}) parametra z analýz vodných výluhov z odpadov sa testujú za účelom vylúčenia odľahlých výsledkov (pravdepodobne zaťažených hrubou chybou). Použije sa Dixonov Q test, ktorý vychádza z variačného rozpätia (R), t.j. z rozdielu medzi dvoma krajnými hodnotami výsledkov stanovenia x_i zoradených podľa veľkosti:

$$R = x_n - x_1 \quad (1)$$

kde x_1 je najmenšia hodnota výsledku stanovenia
 x_n je najväčšia hodnota výsledku stanovenia.

Testovacími kritériami sú hodnoty Q_1 a Q_n , ktoré sa vypočítajú podľa vzťahov:

$$Q_1 = \frac{x_2 - x_1}{R} \quad Q_n = \frac{x_n - x_{n-1}}{R}, \quad (2)$$

kde x_1, x_2 a x_{n-1}, x_n sú dvojice krajných hodnôt x_i .

Vypočítané hodnoty Q_1 a Q_n sa porovnávajú s kritickými hodnotami Q_α , pre príslušné n a hladinu významnosti α .

Tabuľka č. 1 Kritické hodnoty Q_α na vylúčenie odľahlých výsledkov

n	α			
	0,10	0,05	0,02	0,01
3	0,886	0,941	0,972	0,988
4	0,679	0,765	0,846	0,889
5	0,557	0,642	0,729	0,760
6	0,482	0,560	0,644	0,698
7	0,434	0,507	0,586	0,637

Ak sa pre krajné hodnoty výsledkov stanovenia zistí Q_1 , resp. Q_n väčšie ako tabuľkové (Q_α), je potrebné príslušné x_i z výsledkov vylúčiť.

V prípade, že pri $n = 3$ sa zistí odľahlý výsledok, je potrebné stanovenie zopakovať, aby bolo možné x vypočítať najmenej z troch paralelných stanovení.

Pre $n \geq 3$ sa po vyradení odľahlej x_i test zopakuje a až po potvrdení, že medzi zostávajúcimi x_i nie je odľahlý výsledok sa vypočíta \bar{x} a interval spoľahlivosti.

4. VÝPOČET A VYJADRENIE KONEČNÉHO VÝSLEDKU STANOVENIA

Výsledok stanovenia príslušného analytického ukazovateľa sa vypočíta ako aritmetický priemer:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (3)$$

kde počet paralelných stanovení n spĺňa požiadavku v zmysle bodu 2. pokynu a výsledky paralelných stanovení x_i použité pre výpočet \bar{x} nie sú zaťažené hrubou chybou (boli testované za účelom vylúčenia odľahlého výsledku).

Presnosť stanovenia \bar{x} sa charakterizuje intervalom spoľahlivosti ($L_{1,2}$), v ktorom s určitou dopredu zvolenou pravdepodobnosťou leží správny výsledok (za predpokladu, že výsledky sú zaťažené len náhodnými chybami).

Pri výpočte intervalu spoľahlivosti (pri $n < 7$) z variačného rozpätia R definovaného vzťahom (1) platí:

$$L_{1,2} = \bar{x} \pm K_n \cdot R, \quad (4)$$

kde K_n sú koeficienty podľa Deana a Dixona, ktoré závisia od n a zvolenej hladiny významnosti α (tab. 2).

Tabuľka č. 2 Koeficienty K_n na výpočet intervalu spoľahlivosti z rozpätia R

n	α	
	0,05	0,01
2	6,40	31,80
3	1,30	3,01
4	0,92	1,32
5	0,51	0,84
6	0,40	0,63
7	0,33	0,51
8	0,29	0,43
9	0,26	0,37
10	0,23	0,33

Hodnoty $L_1 = \bar{x} + K_n \cdot R$ a $L_2 = \bar{x} - K_n \cdot R$ predstavujú hornú a dolnú hranicu intervalu spoľahlivosti pre príslušné α .

5. SPRÁVNOSŤ STANOVENIA

Požiadavky na správnosť jednotlivých stanovení sa určia podľa účelu analýzy rozlišovaného v zmysle bodu 1.

Pri analýzách odpadov je potrebné požadovať vysokú správnosť stanovení a spoľahlivosť výsledkov testovať pri hladine významnosti $\alpha = 0,05$.

6. ŠTATISTICKÉ POROVNANIE ANALYTICKÉHO VÝSLEDKU S HRANIČNOU HODNOTOU

Účelom štatistického porovnávania výsledkov zo stanovení ukazovateľov prijatých na hodnotenie výluhovateľnosti s hraničnými hodnotami je rozhodnúť, či existuje štatisticky významný rozdiel medzi analytickým výsledkom (\bar{x}) a hraničnou hodnotou (μ). Použije sa hodnota variačného rozpätia R a porovnávanie sa uskutoční pri hodnote $\alpha = 0,05$.

Vypočíta sa hodnota u_n podľa vzťahu:

$$u_n = \frac{|\bar{x} - \mu|}{R} \quad (5)$$

Vypočítaná hodnota u_n sa porovnáva s kritickou hodnotou $u_{n,\alpha}$, ktorá je pre daný počet meraní n uvedená v tabuľke 3. Ak je splnená nerovnosť $u_n \geq u_{n,\alpha}$, je rozdiel $|\bar{x} - \mu|$ štatisticky významný pri zvolenej hladine významnosti $\alpha = 0,05$.

Tabuľka 3. Kritické hodnoty $u_{n,\alpha}$ pre $\alpha = 0,05$ pri počte meraní n .

N	$\alpha = 0,05$
2	6,353
3	1,304
4	0,917
5	0,507
6	0,399
7	0,333
8	0,288
9	0,255
10	0,230

Ak sa pre príslušný analytický výsledok zistí, že rozdiel $|\bar{x} - \mu|$ nie je štatisticky významný, treba analytický výsledok stanovenia považovať za zhodný s hraničnou hodnotou ukazovateľa.

Ďalšie požiadavky na testovanie výsledkov sa individuálne dohodnú s objednávateľom analýz.