

TESTOVÁNÍ VLIVU TERÉNNÍ ÚPRAVY VZORKU STAVEBNÍHO MATERIÁLU NA ANALYTICKÉ VÝSLEDKY STANOVENÍ V SUŠINĚ

Petr Kohout¹⁾, Zdeněk Veverka²⁾, Pavel Bernáth³⁾

1) Forsapi s.r.o., K Horoměřicům 1113/29, 165 00 Praha 6, e-mail: petr.kohout@forsapi.cz

2) UNIVERZA-SoP, s.r.o., Střekovská 1345/16, 182 00 Praha 8, e-mail: univerza@univerza.cz

3) Zdravotní ústav se sídlem v Ústí nad Labem, Moskevská 15, 400 01 Ústí nad Labem, e-mail: pavel.bernath@zuusti.cz

Vzorkování heterogenních materiálů představuje poměrně komplikovaný proces, tvořený často několika fázemi postupného upřesňování kvality testovaného materiálu. Ověřování různých postupů vzorkování a hodnocení jejich robustnosti při analytickém zpracování vzorků si dala za cíl skupina tvořená kolegy z firem Forsapi s.r.o., UNIVERZA-SoP, s.r.o. a Zdravotního ústavu se sídlem v Ústí nad Labem. Ve spolupráci se vzorkaři ze širokého spektra společností zabývajících se nakládáním s odpady, vzorkováním odpadů apod. provádí testování těchto postupů v rámci doškolovacích seminářů pro manažery vzorkování odpadů. Překvapením semináře původně zaměřeného na testování různých postupů odběru stavebního materiálu z demolic bylo zjištění, že základní prioritou je vyřešit analytickou koncovku – laboratorní zpracování vzorku a jeho analýzu

Úvod

V červnu 2012 uspořádala skupina tvořená kolegy z firem Forsapi s.r.o., UNIVERZA-SoP, s.r.o. a Zdravotního ústavu se sídlem v Ústí nad Labem doškolovací seminář zaměřený na testování různých postupů vzorkování demoličního odpadu ze stavby historického průmyslového objektu. **(Poznámka: Velmi častou úlohou vzorkování a následných analýz stavebního odpadu je rozhodnutí, zda je možné odpad využít na povrch terénu, resp. je nutné odpad odstranit na příslušné skládce odpadů (v souladu s technickými podmínkami Vyhlášky č. 294/2005 Sb.). Jedním z kritérií pro dané rozhodnutí je mimo jiné stanovení polycyklických aromatických uhlovodíků (PAU) v sušině (dle tabulky 10.1 přílohy č. 10 k vyhlášce č. 294/2005 Sb.). Nejvýše přípustnou koncentrací PAU v sušině v odpadech využívaných na povrchu terénu je 6 mg/kg suš.).**

Vzorkovaným objektem byla deponie stavebního odpadu (suti) o rozměrech 12m x 5m x 1,3m, tj. celkem cca 78m³. K testování bylo navrženo 6 různých postupů s cílem posoudit, zda i takto problematický a heterogenní materiál je možné navzorkovat s přijatelnou spolehlivostí a zda některý z postupů umožní získat srovnatelné výsledky. Ukázalo se však, že získané výsledky analýz přinesly mnohem zásadnější zjištění týkající se problematiky laboratorní úpravy vzorků a vlastní analýzy. Proto nebylo možné jednotlivé postupy odběru vzorků na základě laboratorních analýz hodnotit.

Příprava laboratorních vzorků

Celkem bylo v rámci testování odebráno 8 vzorků. Terénní vzorky byly na místě upraveny v ručním zařízení na úpravu pevného vzorku a poté z nich byly připraveny laboratorní vzorky. V tabulce 1 je uvedena specifikace jednotlivých vzorků.

Úpravě terénního vzorku byla věnována zvláštní pozornost. Veškerý materiál terénního vzorku byl podrcen na velikost pod 10 mm. Kvalita podrcení byla následně otestována u každého laboratorního vzorku rozsítováním (tabulka 2).

Tabulka 1: Specifikace vzorků (informace z protokolů o odběru)

| Název vzorku | hmotnost terénního vzorku kg | úprava | hmotnost laboratorního vzorku (dle protokolů o odběru) kg | poznámka |
|--------------|------------------------------|--|---|---|
| Jemná frakce | 14,5 | bez úpravy | neuveďeno | - |
| Hrubá frakce | 7,05 | podrcení na velikost <10 mm | neuveďeno | - |
| A1 | 21,55 | odebrány samostatně 2 frakce (<10 mm, >10 mm), jednotlivé frakce podrceny a smíchány v původním poměru | 2,08 | - |
| A2 | 13,58 | | neuveďeno | - |
| B1 | 26,46 | | 4 | - |
| B2 | 17,04 | | 3 | - |
| C1 | 30,11 | rozsítování na 4 frakce, frakce podrceny a smíchány v původním poměru | 1 | - |
| C2 | 80 až 120 | drčení, homogenizace, kvartace | 3,48 | vzorek byl rozdělen na 2 - označené C2/A a C2/B |
| C3 | 70,1 | rozsítování na 2 frakce (<15, >15 mm), z frakce >15 mm namátkou vybráno cca 3 kg vzorku -podrcen a smíchán s frakcí <15 mm v původním poměru | 2 | - |
| C4 | 135,26 | rozsítování na 3 frakce, frakce podrceny a smíchány v původním poměru | 3 | - |

Tabulka 2: Kvalita úpravy vzorků – síťová analýza

| Název vzorku | zastoupení zrnitostních frakcí v laboratorním vzorku | | |
|--------------|--|-------------|--------|
| | <1,5 mm | 1,5 - 10 mm | >10 mm |
| A1 | 56,3% | 39,6% | 4,1% |
| A2 | 52,1% | 42,9% | 5,0% |
| B1 | 61,1% | 38,8% | 0,1% |
| B2 | 61,8% | 37,9% | 0,3% |
| C1 | 53,7% | 43,8% | 2,5% |
| C2/A | 57,8% | 34,8% | 7,5% |
| C2/B | 50,1% | 35,7% | 14,3% |
| C3 | 29,6% | 28,4% | 42,0% |
| C4 | 54,0% | 37,4% | 8,6% |

Jak je patrné z tabulky 2, s výjimkou vzorku C3 a C2/B se podařilo vzorkovacími týmy v terénu upravit kusovitý materiál stavebního odpadu, tvořený cihlami, kusy betonu, omítkami apod., tak, že zastoupení frakce nad 10 mm nepřekračovala 10% hmotnostních. (Dle autorů příspěvku lepší vzorek z uvedeného materiálu v terénu připravit nelze).

Laboratorní zpracování vzorků, výsledky zkoušek

Laboratorní vzorky byly doručeny do zkušební laboratoře č.1.

Po provedení analýzy byly laboratorní vzorky vyžádány zpět, každý vzorek byl zvážen (k orientačnímu ověření použité velikosti navážky k analýze danou laboratoří) a předán do zkušební laboratoře č. 2. Opět byl vzorek z laboratoře č. 2 vyžádán, zvážen a předán do zkušební laboratoře č.3 a celý postup se znovu opakoval. Z tabulky 3 jsou uvedeny navážky vzorků pro analýzy v jednotlivých zkušebních laboratořích.

Tabulka 3: Navážky jednotlivých laboratoří pro stanovení PAU z laboratorních vzorků

| Název vzorku | hmotnost laboratorního vzorku (g) | | | hmotnost laboratorního vzorku (g) | | | hmotnost laboratorního vzorku (g) | | |
|--------------|-----------------------------------|-------------------------------|--------|-----------------------------------|-------------------------------|--------|-----------------------------------|-------------------------------|--------|
| | dle protokolů o odběru | vrácený vzorek z 1.laboratoře | rozdíl | vrácený vzorek z 1.laboratoře | vrácený vzorek z 2.laboratoře | rozdíl | vrácený vzorek z 2.laboratoře | vrácený vzorek z 3.laboratoře | rozdíl |
| | g | g | g | g | g | g | g | g | g |
| A1 | 2080 | 1813 | 267 | 1813 | 1800 | 13 | 1800 | 1520 | 280 |
| A2 | neuveďeno | 2710 | - | 2710 | 2670 | 40 | 2670 | 2340 | 330 |
| B1 | 4000 | 3732 | 268 | 3732 | 3720 | 12 | 3720 | 3400 | 320 |
| B2 | 3000 | 2711 | 289 | 2711 | 2700 | 11 | 2700 | 2380 | 320 |
| C1 | neuveďeno | 1622 | - | 1622 | 1610 | 12 | 1610 | 1260 | 350 |
| C2/A | 1780 | 1470 | 310 | 1470 | 1460 | 10 | 1460 | 1140 | 320 |
| C2/B | 1720 | 1392 | 328 | 1392 | 1380 | 12 | 1380 | 1080 | 300 |
| C3 | 2000 | 1905 | 95 | 1905 | 1850 | 55 | 1850 | 1580 | 270 |
| C4 | 3000 | 2712 | 288 | 2712 | 2700 | 12 | 2700 | 2300 | 400 |

Velikosti laboratorních vzorků se pohybovaly mezi 1,4 až 3,7 kg, navážky z laboratorních vzorků byly 10 až 400g. Jakým způsobem jednotlivé laboratoře zkušební a zkoušené vzorky z laboratorních vzorků připravili, nebylo zjišťováno.

Výsledky laboratorních vzorků jsou uvedeny v tabulce 4.

Tabulka 4: Výsledky analytických zkoušek

| Název vzorku | ΣPAU (294/2005 Sb.) | | | tabulka 10.1 přílohy č. 10 k Vyhlášení č. 294/2005 Sb. |
|--------------|---------------------|-------------|------------|---|
| | mg/kg suš. | | | mg/kg suš. |
| | lab.1 | lab.2 | lab.3 | |
| Hrubá frakce | 0,94 | 0,417 | 0,795 | 6 |
| Jemná frakce | 10,84 | 20,3 | 19,8 | 6 |
| A1 | 4,63 | 7,36 | 10,9 | 6 |
| A2 | 22,64 | 9,09 | 7,23 | 6 |
| B1 | 4,49 | 9,34 | 11,4 | 6 |
| B2 | 6,15 | 3,7 | 7,32 | 6 |
| C1 | 5,32 | 9,38 | 8,09 | 6 |
| C2/A | 4,62 | 8,81 | 6,5 | 6 |
| C2/B | 8,73 | 8,32 | 6,63 | 6 |
| C3 | 7,24 | 24,3 | 138 | 6 |
| C4 | 12,22 | 4,54 | 4,8 | 6 |

Získané výsledky jsme hodnotili ze dvou pohledů:

1. Možnost zhodnotit různé postupy vzorkování stavebních odpadů
2. Možnost rozhodovat o dalším nakládání s odpadem v souladu s platnou legislativou

Ad1) Možnost zhodnotit různé postupy vzorkování stavebních odpadů

Rozdíly ve výsledcích identických vzorků poskytnutých laboratořemi neumožnily provádět testování odlišných postupů a hodnotit jejich vhodnost pro testování stavebních odpadů, **přestože vzorkaři věnovali zcela nadstandardní péči úpravě terénního vzorku a přípravě laboratorního vzorku.**

Ad 2) Možnost rozhodovat o dalším nakládání s odpadem v souladu s platnou legislativou

Limit tabulky 10.1 přílohy č. 10 k vyhlášení č. 294/2005 Sb. je stanoven absolutně. Není standardní praxí hodnotit výsledky s uvážením nejistoty analýz. Není ani běžnou praxí hodnotit odpady na základě většího počtu vzorků. **Pak ale je nutné konstatovat, že na základě výsledků poskytovaných třemi laboratořemi nelze spolehlivě rozhodnout o dalším nakládání s odpadem, aniž by nehrozilo riziko ekonomického poškození vlastníka odpadu.**

Z předchozích testování realizovaných skupinou tvořenou kolegy z firem Forsapi s.r.o., UNIVERZA-SoP, s.r.o. a Zdravotního ústavu se sídlem v Ústí nad Labem (doškolovací semináře Vzorkování železničních svršků) jsme potvrdili, že na jemnou frakci pevného materiálu (<10 mm) jsou vázány organické polutanty (ropné uhlovodíky C₁₀-C₄₀, polycyklické aromatické uhlovodíky – PAU) a koncentrace těchto polutantů jsou v této frakci až řádově vyšší než ve frakci >10 mm. Rovněž výsledky analýz vzorků „**Jemná frakce**“ a „**Hrubá frakce**“ tyto závěry potvrdily.

Pak ovšem je zásadní, aby analyzovaný vzorek laboratoří plně respektoval zrnitostní složení laboratorního vzorku.

Pokud bychom použili k hodnocení stavebního odpadu výpočtu z analýzy Jemné a Hrubé frakce (viz tabulka 4) a zrnitostní složení jednotlivých vzorků, dopadly by výsledky poněkud jinak (tabulka 5).

Tabulka 5: Výsledky stanovené výpočtem podle zastoupení jemné a hrubé frakce ve vzorku

| Název vzorku | poměr jemná:hrubá | PAU | | | tabulka 10.1 přílohy č. 10 k Vyhlášce č. 294/2005 Sb. |
|--------------|----------------------|---|-------|-------|--|
| | | výpočet koncentrace dle zastoupení frakcí ze vzorků Hrubá a Jemná frakce | | | mg/kg suš. |
| | | lab 1 | lab 2 | lab 3 | |
| A1 | 1:3 | 3,42 | 5,39 | 5,55 | 6 |
| A2 | 3:7 | 3,91 | 6,38 | 6,50 | 6 |
| B1 | 1:3 | 3,42 | 5,39 | 5,55 | 6 |
| B2 | 1:2 | 4,24 | 7,04 | 7,13 | 6 |
| C1 | 28:72 | 3,71 | 5,98 | 6,12 | 6 |
| C2/A | 3:7 | 7,87 | 14,34 | 14,10 | 6 |
| C2/B | 3:7 | 6,49 | 11,24 | 13,57 | 6 |
| C3 | 1:3 | 3,42 | 5,39 | 5,55 | 6 |
| C4 | 17:83 | 2,62 | 3,80 | 4,03 | 6 |

Abychom zjistili, zda je příčinou vzájemně odlišných výsledků mezi zkušebními laboratořemi nerespektování zrnitostního složení laboratorního vzorku, nechali jsme vzorky, ve kterých byly zjištěny největší rozdíly koncentrací PAU (tj. vzorky A2 a C3) podrtit v laboratoři (veškerý vzorek) na velikost <1 mm a laboratoři jsme nechali připravit dělené vzorky. Každá ze zkušebních laboratoří obdržela dvě dvojice vzorků k analýze. Výsledky takto upravených vzorků jsou uvedeny v porovnání s původními výsledky v tabulce 6.

Tabulka 6: Výsledky analýz dělených vzorků upravených z původních laboratorních vzorků podrcením na velikost <1mm

| Název vzorku | ΣPAU (294/2005 Sb.) mg/kg suš. | | | | | | | | |
|--------------|-----------------------------------|-------|-------|--|-------|-------|------|-------|------|
| | původní výsledky dodaných vzorků | | | výsledky vzorků upravených v laboratoři pro stanovení PAU (velikost <1mm) | | | | | |
| | lab.1 | lab.2 | lab.3 | lab.1 | | lab.2 | | lab.3 | |
| A2 | 22,64 | 9,09 | 7,23 | 13,23 | 18,9 | 7,31 | 9,54 | 5,62 | 6,22 |
| C3 | 7,24 | 24,3 | 138 | 26,82 | 15,88 | 7,14 | 8,09 | 13 | 8,43 |

Jak je z tabulky patrné, žádná z laboratoří nedosáhla v obou vzorcích shodu s původním výsledkem. Analýzy dvojic vzorků připravených podrcením celého laboratorního vzorku vyhovují deklarovaným nejistotám metod (20%, resp. 30%), přesto shoda mezi laboratořemi není ve všech výsledcích optimální.

Závěr

V rámci doškolovacích seminářů určených pro manažery vzorkování odpadů, hodnotitele nebezpečných vlastností odpadů a zájemce, usilujeme o identifikaci a pojmenování kritických míst při hodnocení odpadů pro jejich další nakládání. Testování odpadů na základě zkoušek představuje velice důležitý krok a na jeho základě jsou odvozovány náklady pro následné nakládání s odpady. Stavební odpad patří k jedné z nejběžnějších komodit využívajících odběr vzorků a analytické zkoušky pro jeho zařazení dle legislativních předpisů. Výsledky našeho testování odhalily vážné disproporce mezi závěry získanými ze zkoušek zúčastněných laboratoří, které považujeme za nutné v zájmu ochrany klientů řešit na širší úrovni. Ať již se jedná o změny v přípravě vzorků v laboratořích, o pokyny pro vzorkáře nebo o změny v legislativě při posuzování odpadů na základě stanovení v sušině.

Použitá literatura:

[1] Vyhláška č. 294/2005 Sb. o podmínkách ukládání odpadů na skládky a jejich využívání na povrchu terénu a změně vyhlášky č. 383/2001 Sb. o podrobnostech nakládání s odpady ve znění pozdějších předpisů