

Testování vzorků znovuzískané asfaltové směsi odebraných v rámci Doškolovacího semináře Manažerů vzorkování odpadů dne 13. 11. 2018 na recyklační ploše společnosti Chládek & Tintěra Havlíčkův Brod, a.s.

Úvod

Společnost Forsapi, s.r.o. společně se společností UNIVERZA-SoP, s.r.o. zajišťují vzdělávání pracovníků laboratoří a konzultačních společností zabývajících se odběrem a vyhodnocením zkoušek vzorků odpadů. Jednotlivé vzdělávací semináře jsou věnovány vzorkování a zkoušení vybraných druhů odpadů. V průběhu seminářů jsou testovány rozličné postupy vzorkování odpadů a v návaznosti na ně i praxe laboratoří s cílem postupné optimalizace a sjednocování metodiky (postupů) odběru vzorků a laboratorních prací tak, aby se zvyšovala spolehlivost informací o vlastnostech odpadů pro konečné uživatele.

Ve spolupráci se společností Chládek & Tintěra Havlíčkův Brod, a.s. byl dne 13. 11. 2018 uspořádán doškolovací seminář zaměřený na problematiku nakládání se znovuzískanou asfaltovou směsí a se stavebními recykláty.

Hlavním cílem semináře bylo seznámit účastníky s připravovanou vyhláškou Ministerstva životního prostředí ČR, kterou se stanoví kritéria, při jejichž splnění je znovuzískaná asfaltová směs vedlejším produktem nebo přestává být odpadem, a kritéria, při jejichž splnění asfaltová směs vyrobená z odpadní znovuzískané asfaltové směsi přestává být odpadem, dále s normou ČSN EN 13108-8 Asfaltové směsi – Specifikace pro materiály – Část 8: R-materiál a s vzájemnou provázaností obou předpisů. Kromě uvedeného tématu byl seminář zaměřen na problematiku nakládání se stavebními odpady a recykláty ze staveb, včetně seznámení s Metodickým pokynem odboru odpadů MŽP pro řízení vzniku stavebních a demoličních odpadů a se zkušenostmi stavebních společností s využíváním recyklovaných stavebních materiálů, včetně asfaltů a vytěžených zemin.

V rámci teoretické části semináře se uskutečnily přednáška Mgr. Štěpána Jakla týkající se připravované vyhlášky pro nakládání se znovuzískanou asfaltovou směsí, přednáška Ing. Zdeňka Veverky věnovaná rizikům při nakládání s recykláty ze silnic a dále obsahu technické normy ČSN EN 13108-8 Asfaltové směsi – Specifikace pro materiály – Část 8: R-materiál. V další části byly přednášky zaměřeny na problematiku využití stavebních recyklátů – přednáška Mgr. Vojtěcha Pilnáčka (Metodický pokyn pro řízení vzniku stavebních a demoličních odpadů) a přednášky Ing. Zdeňka Fixy a Miroslava Hlávky představující praktické zkušenosti s možnostmi využití stavebních recyklátů a s překážkami, které uplatnění stavebních recyklátů v praxi omezují.

K oběma základním tématům proběhla široká diskuze. U navrhované vyhlášky organizátoři upozorňovali na velmi nízký rozsah testování znovuzískaných asfaltových směsí pro jejich zařazení do jakostních tříd. Podle návrhu přílohy č.2 jsou stanovené minimální počty odebraných vzorků uvedených v tabulkách 1 a 2 na úrovni neumožňující postižení případné heterogenity dotčených vzorkovaných souborů.

Tabulka 1: Minimální počty vzorků ve vztahu k posuzované, opravované či obnovované ploše stavby

Typ vzorku	Vztažná plocha [†] / m ² /	Minimální počet vzorků
Směsný vzorek ^{**}	20 000	1
Dílčí vzorek	5 000	1

Tabulka 2: Minimální počet odebraných vzorků z již vybourané znovuzískané asfaltové směsi

Typ vzorku	Množství ^{***} / t /	Minimální počet vzorků
Směsný vzorek ^{****}	20 000	1
Dílčí vzorek	3 000	1

Ve srovnání s požadavky normy ČSN EN 13108-8 Asfaltové směsi – Specifikace pro materiály – Část 8: R-materiál jsou ve vyhlášce navržené počty vzorků řádově nižší.

Norma předepisuje následující rozsah vzorkování:

- 1 zkouška/500 t znovuzískané asfaltové směsi,
- nejméně 5 zkoušek z hromady (zásoby),
- nejméně 1 zkouška z 2000 t (za všech okolností)

Ověřit spolehlivost zařazení znovuzískané asfaltové směsi do jakostní třídy při rozsahu vzorkování stanoveném v navrhované vyhlášce bylo jedním z cílů 2. části doškolovacího semináře – praktického procvičování účastníků ve vzorkování. Praktický trénink se uskutečnil v provozovně společnosti Chládek a Tintěra Havlíčkův Brod a.s. – Středisko recyklace.

Účast na praktickém testování laboratoří přijalo 6 laboratoří, které poskytují akreditované zkoušky ukazatelů uvedených v návrhu dotčené vyhlášky. Velice těmto laboratořím děkujeme za jejich spolupráci a zejména za jejich velmi vstřícný přístup.

Cíl srovnávacího praktického testování

Srovnávací praktické zkoušení znovuzískaných asfaltových směsí a stavebních recyklátů sledovalo dílčí samostatné cíle:

- Shoda klasifikace znovuzískané asfaltové směsi do jakostní třídy založené na výsledcích zkoušek zúčastněných laboratoří při rozsahu vzorkování stanoveném v navrhované vyhlášce MŽP.

Postup praktického testování

Vzorkovaný objekt

Pro účely testování laboratoří vybral spolupořadatel (společnost Chládek a Tintěra Havlíčkův Brod, a.s.) vhodný vzorkovaný soubor:

- **Deponie vybourané znovuzískané asfaltové směsi o přibližném objemu 300 – 350 m³** (určené pro řešení cíle – zhodnocení shody klasifikace znovuzískané asfaltové směsi do jakostní třídy založené na výsledcích zkoušek zúčastněných laboratoří při rozsahu vzorkování stanoveném v navrhované vyhlášce MŽP).

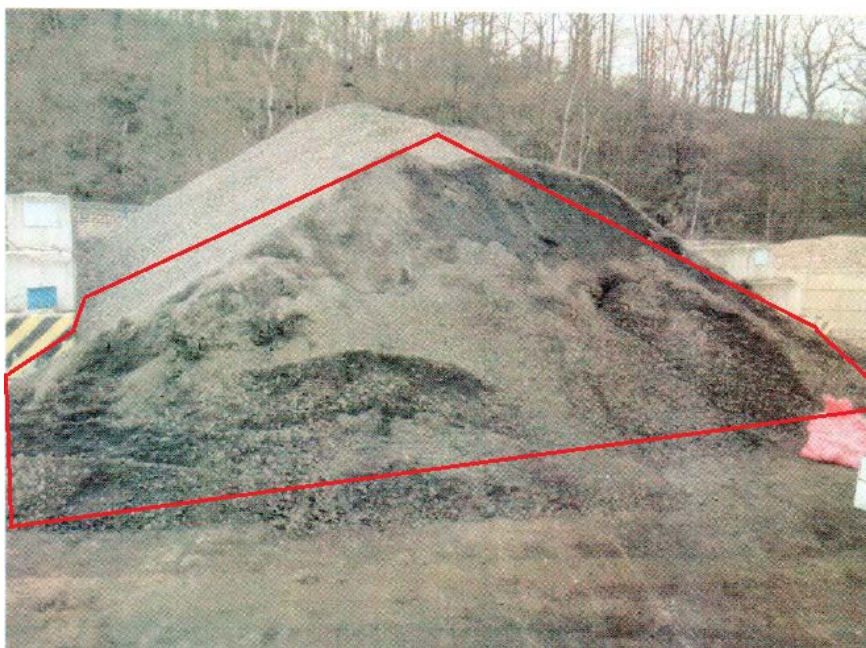


Obrázek 1: Deponie znovuzískané asfaltové směsi

Odběr vzorku z deponie znovuzískané asfaltové směsi

Na čelní straně deponie znovuzískané asfaltové směsi byl vymezen vzorkovaný soubor (o přibližné ploše 8 x 2 m²), ze kterého si členové jednotlivých vzorkovacích týmů laboratoří odebrali 3 dílčí vzorky (každý o přibližné hmotnosti 0,4 až 0,8 kg) a po homogenizaci a zmenšení směšného terénního vzorku připravili laboratorní vzorek označený VZOREK A. Hmotnost takto připravených vzorků se pohybovala mezi 1 až 1,5 kg.

Zástupci zúčastněných laboratoří si připravené vzorky odebrali a doručili je do svých laboratoří.



Obrázek 2: Vzorkovaný soubor je vymezen červenou linií

Objem na řezu dostupného vzorkovaného souboru byl odhadem stanoven cca 10 až 20 m³ (tj. cca 15 až 30 t) z celkové hmotnosti cca 500 t - v souladu s požadavky navrhované vyhlášky (Příloha č.2, tabulka č.2 – viz. strana 2) pro zařazení znovuzískané asfaltové směsi do jakostní třídy je postačující analýza 1 vzorku.

Laboratorní zkoušky

Testování se účastnilo 6 zkušebních laboratoří akreditovaných ČIA. V tabulce 3 je uveden přehled zúčastněných laboratoří. Laboratoře jsou v tabulce seřazeny v abecedním pořadí.

Tabulka 3: Přehled zúčastněných laboratoří (seřazených abecedně)

Název laboratoře	Adresa laboratoře
ALS Czech Republic s.r.o.	Na Harfě 336/9, 190 00 Praha 9
Aquatest a.s.	Geologická 4, 152 00 Praha 5
Bioanalytika CZ s.r.o.	Píšťovy 820, 537 01 Chrudim
Laboratoř Morava s.r.o.	Oderská 456, 74213 Studénka,
Orlická laboratoř, s.r.o.	Lhotská 219, 560 13 Česká Třebová
Zdravotní ústav se sídlem v Ostravě	Partyzánské náměstí č.7, 702 00 Ostrava

Každá z laboratoří stanovovala vybrané polycyklické aromatické uhlovodíky v rozsahu požadavků přílohy č.1 tabulka 2 navrhované vyhlášky, kterou se stanoví kritéria, při jejichž splnění je znovuzískaná asfaltová směs vedlejším produktem nebo přestává být odpadem (stává se výrobkem), a kritéria, při jejichž splnění asfaltová směs vyrobená z odpadní znovuzískané asfaltové směsi přestává být odpadem a může být uvedena na trh jako výrobek.

V tabulce 4 jsou uvedeny hodnoty rozšířené nejistoty stanovení jednotlivých polycyklických aromatických uhlovodíků laboratoří. Laboratoře jsou v tabulkách označeny čísly v náhodném pořadí. Ve všech následujících tabulkách má konkrétní laboratoř stejné označení.

Tabulka 4: Přehled rozšířených nejistot stanovení zúčastněných laboratoří

ukazatel	označení jednotka	nejistoty stanovení					
		1	2	3	4	5	6
acenaftylen	%	30	28	30	21	25	30
naftalen	%	30	33	30	21	25	40
acenaften	%	30	27	30	21	25	30
fluoren	%	30	27	30	21	25	40
fenantren	%	30	26	30	21	25	30
antracen	%	30	42	30	21	25	30
fluoranten	%	30	22	30	21	25	30
pyren	%	30	21	30	21	25	30
benzo(a)antracen	%	30	30	30	21	25	30
chrysen	%	30	28	30	21	25	20
benzo(b)fluoranten	%	30	32	30	21	25	20
benzo(k)fluoranten	%	30	34	30	21	25	20
benzo(a)pyren	%	30	44	30	21	25	20
benzo(ghi)perylen	%	30	32	30	21	25	20
dibenzo(ah)antracen	%	30	34	30	21	25	20
indeno(1,2,3-cd)pyren	%	30	32	30	21	25	30
Σ 16 PAU	%	30	30,75	30	21	25	27,5

Úprava a příprava analytického vzorku, analytická zkouška

Přehled postupů jednotlivých laboratoří při úpravě a přípravě analytických vzorků pro analytickou zkoušku na základě dotazu organizátora je uveden v tabulce 5 společně s uvedením použité analytické metody (technické normy).

Tabulka 5: Parametry úpravy a přípravy laboratorních vzorků na zkušební a analytické vzorky, analytická metoda použitá ke zkouškám

Položka	označení jednotka	1	2	3	4	5	6
		zkušební vzorek ^{*)}	g	cca 200	neuveďeno	cca 250	cca 250
zrnitost analytického vzorku	mm	1 až 2	<0,5	<1	<2	1 až 2	<2
navážka vzorků pro analýzu	g	10	2 - 2,5	1,02 - 1,07	1	1	20
extrakční činidlo		aceton/hexan (1:1)	aceton	aceton/hexan (1:2)	aceton/hexan	dichlormethan/m etanol	aceton
množství extrakční směsi	ml	40	neuveďeno	20	neuveďeno	neuveďeno	neuveďeno
doba extrakce	min.	20	60	20	30	neuveďeno	24 hodin
způsob extrakce		ultrazvuk	neuveďeno	ultrazvuk	ultrazvuk	třepačka	neuveďeno
analytická metoda		US EPA 8270, ČSN EN 15527, ISO 18287	ČSN EN 15527 GC/MS	ČSN EN ISO 17993 HPLC	ČSN P CEN/TS 16181 HPLC	ČSN EN ISO 17993 HPLC	DIN ISO 18287 GC/MS

Vysvětlivky:

*) množství vzorku odebraného po homogenizaci laboratorního vzorku k další přípravě analytického vzorku

Z tabulky vyplývá:

- postupy přípravy zkušební a analytického vzorku, použité analytické metody nemají laboratoře identické,

- velikost zkušební vzorku: po homogenizaci vzorku je k další přípravě analytického vzorku použita 1/5 až 1/2 laboratorního vzorku. Největší množství použila laboratoř 6. (cca 1/2 laboratorního vzorku).
- úprava zrnitosti analytického vzorku: nejmenší zrnitost uvedla laboratoř 2 (analytický vzorek použitý pro extrakci měl velikost zrn <0,5 mm), největší zrnitost měl analytický vzorek u laboratoře 1 (<4 mm). Nejběžnější rozpětí zrnitosti analytického vzorku se pohybuje mezi 1 až 2 mm.
- extrakční činidla: **aceton** – laboratoře 2 a 6, **směs aceton/n-hexan** – laboratoře 1, 3, 4 (poměry ve směsi nejsou identické), **směs dichlormetan/metanol** – laboratoř 5.
- způsob extrakce: převládajícím postupem je sonifikace v ultrazvukové lázni (laboratoře 1,3,4), doby extrakce se liší.
- analytické metody: laboratoře 1, 2, 6 používají metodu GC/MS, laboratoře 3, 4, 5 metodu HPLC.

Výsledky stanovení PAU v vzorku znovuzískané asfaltové směsi – vzorek A

Přehled výsledků zkoušek PAU v odebraných vzorcích asfaltové směsi je uveden v tabulce 6 (VZOREK A) společně s charakteristikami naměřených dat.

Tabulka 6: Přehled výsledků stanovení PAU v sušině vzorku znovuzískané asfaltové směsi – VZOREK A

znovuzískaná asfaltová směs - vzorek A								Průměr	minimum	maximum	RSD %
ukazatel	označení jednotka	1	2	3	4	5	6				
acenaftylen	mg/kg suš.	0,014	0,177	0,36	N	N	0,03	0,145	0,014	0,36	94,0%
naftalen	mg/kg suš.	0,056	0,112	<0,050	0,08	<1,25	0,04	0,072	0,04	0,112	39,5%
acenaften	mg/kg suš.	0,298	0,473	0,21	0,172	N	0,26	0,283	0,172	0,473	42,0%
fluoren	mg/kg suš.	0,282	0,403	0,49	0,074	N	0,21	0,292	0,074	0,49	56,2%
fenantren	mg/kg suš.	1,66	2,498	1,34	0,685	0,85	1,13	1,361	0,685	2,498	52,6%
antracen	mg/kg suš.	0,599	0,907	0,34	0,199	1,09	0,51	0,608	0,199	1,09	57,9%
fluoranten	mg/kg suš.	3,66	8,051	4,25	1,61	5,44	2,75	4,294	1,61	8,051	59,2%
pyren	mg/kg suš.	3,1	6,999	4,14	1,29	4,36	2,24	3,688	1,29	6,999	61,1%
benzo(a)antracen	mg/kg suš.	1,65	4,594	2,23	0,546	2,79	1,31	2,187	0,546	4,594	73,0%
chrysen	mg/kg suš.	1,74	4,767	1,25	0,533	2,88	1,21	2,063	0,533	4,767	81,0%
benzo(b)fluoranten	mg/kg suš.	2,22	4,724	1,83	0,666	3,82	1,78	2,507	0,666	4,724	63,9%
benzo(k)fluoranten	mg/kg suš.	0,838	2,384	0,75	0,339	1,24	0,62	1,029	0,339	2,384	78,4%
benzo(a)pyren	mg/kg suš.	1,7	5,099	1,98	0,681	2,75	1,37	2,263	0,681	5,099	77,0%
benzo(ghi)perylene	mg/kg suš.	0,97	3,987	1,61	0,313	2,32	0,79	1,665	0,313	3,987	87,1%
dibenzo(ah)antracen	mg/kg suš.	1,14	1,256	0,067	<0,1	N	0,21	0,668	0,067	1,256	70,2%
indeno(1,2,3-cd)pyren	mg/kg suš.	0,284	3,086	1,17	0,336	2,06	0,92	1,309	0,284	3,086	84,4%
suma 16 PAU	mg/kg suš.	20,2	51,32	22	7,52	29,60	15,4	24,34	7,524	51,32	71,0%

Výsledné hodnoty **ΣPAU** se pohybovaly v rozpětí 7,52 mg/kg suš. až 51,32 mg/kg, relativní směrodatná odchylka naměřených hodnot (určená z rozpětí) je 71%. Největší diference mezi výsledky byly pozorovány v koncentracích **acenaftylenu** (94%), u ostatních ukazatelů byly relativní směrodatné odchylky v souboru rovněž velmi vysoké (převážně nad 60%), velká diference je pozorována u karcinogenu - **benzo(a)pyren** (zjištěné minimum je 0,681 mg/kg v sušině, maximum 5,1 mg/kg v suš., relativní směrodatná odchylka souboru dosáhla 77%).

Vyhodnocení

Klasifikace znovuzískané asfaltové směsi do jakostní třídy

Navrhovaná vyhláška MŽP, kterou se stanoví kritéria, při jejichž splnění je znovuzískaná asfaltová směs vedlejším produktem nebo přestává být odpadem, a kritéria, při jejichž splnění asfaltová směs vyrobená z odpadní znovuzískané asfaltové směsi přestává být odpadem, vymezuje v příloze č.1, v

tabulce 1 čtyři jakostní třídy podle obsahu sumy 16 polycyklických aromatických uhlovodíků. Rozdělení do jednotlivých tříd je v souladu s návrhem vyhlášky uvedeno v tabulce 7.

Tabulka 7: Celkové množství polycyklických aromatických uhlovodíků (PAU) pro jakostní třídy znovuzískaných asfaltových směsí ZAS-T1, ZAS-T2, ZAS-T3 a ZAS-T4

Celkové obsahy parametru	Jednotka	Jakostní třída			
		ZAS-T1	ZAS-T2	ZAS-T3	ZAS-T4
Celkové množství polyaromatických uhlovodíků (PAU)	mg/kg suš.	≤12	12 < x ≤25	25 < x ≤300	>300

Na základě naměřených výsledků při praktickém zkoušení je možné při dodržení požadavků na počty vzorků (dle tabulky č.2 přílohy č.2 navrhované vyhlášky) zařadit vzorkovaný soubor do následujících jakostních tříd – tabulka 8.

Tabulka 8: Zařazení vzorkovaného souboru znovuzískané asfaltové směsi do jakostních tříd

označení vzorku	ukazatel	označení laboratoře	1	2	3	4	5	6
		jednotka						
VZOREK A	Σ 16 PAU	mg/kg suš.	20,2	51,32	22	7,52	29,60	15,4
Jakostní třída znovuzískané asfaltové směsi			ZAS-T2	ZAS-T3	ZAS-T2	ZAS-T1	ZAS-T3	ZAS-T2

Vysvětlivky: **červeně zvýrazněné hodnoty** při zahrnutí nejistoty měření výsledek překračuje/nepřekračuje do jiné jakostní třídy

Z tabulky vyplývá:

- získané výsledky zkoušení vzorkovaného souboru umožňují zařadit celý vzorkovaný objekt (deponii o hmotnosti cca 450 až 530 t) do tří jakostních tříd – ZAS-T1, ZAS-T2 a ZAS-T3, aniž by nebyly dodrženy postupy navržené vyhláškou.
- analýza jediného vzorků neumožňuje určit jakostní třídu znovuzískané asfaltové směsi.

Jaký v dané situaci může být postup kontrolního orgánu (České inspekce životního prostředí) při přezkumu jakostního zařazení znovuzískané asfaltové směsi?

Jistou možností je použít výsledky všech laboratoří. Pak můžeme získat zařazení do jakostní třídy s vyjádřením pravděpodobnosti.

Tabulka 9: Pravděpodobnost zařazení vzorkovaného souboru znovuzískané asfaltové směsi do jakostních tříd na základě získaných výsledků

Jakostní třída znovuzískané asfaltové směsi			relativní zastoupení výsledků v jakostní třídě
ZAS-T1	mg/kg suš.	≤12	16,7%
ZAS-T2	mg/kg suš.	12 < x ≤25	50,0%
ZAS-T3	mg/kg suš.	25 < x ≤300	33,3%
ZAS-T4	mg/kg suš.	>300	0,0%

Na základě všech 6 výsledků můžeme tvrdit, že s 50% pravděpodobností lze hodnocenou deponii vybourané znovuzískané asfaltové směsi zařadit do jakostní třídy ZAS-T2, s 33% pravděpodobností do třídy ZAS-T3 a se 17% pravděpodobností do třídy ZAS-T1. **Bude ale 50% pravděpodobnost dostatečný důvod pro zařazení asfaltu do jakostní třídy ZAS-T2 v případě, že kontrolní orgán (Česká inspekce životního prostředí) při kontrole téže deponie získá 2 výsledky opravňující k zařazení do jakostní třídy ZAS-T3?**

Závěr

Použité postupy odběru vzorku, realizované v rámci doškolovacího semináře, byly v souladu s požadavky navrhované vyhlášky - všechny laboratoře splňují požadavky vyhlášky (jedná se o akreditované laboratoře posouzené Českým institutem pro akreditaci podle normy ČSN EN ISO/IEC 17025), osoby provádějící odběry vzorků splňovaly požadavky na odběr vzorků – buď byly součástí laboratoře s akreditovanými postupy odběru vzorků, nebo byly osobami certifikovanými Českou společností pro jakost jako Manažeři vzorkování odpadů. **V oblasti počtu analýz bylo testování výrazně nad rámec požadavků navrhované vyhlášky** – počet analyzovaných vzorků významně překračoval minimální počty stanovené návrhem vyhlášky (provedeno bylo 6 stanovení charakterizujících maximálně 30 tun vzorkovaného souboru z deponie s hmotností maximálně 500 tun – dle návrhu je postačující 1 analýza na 20000 tun).

Testování prokázalo, že přirozená heterogenita vzorkovaného materiálu je v porovnání s mezemi jakostních tříd natolik velká, že neumožňuje spolehlivě a jednoznačně klasifikovat znovuzískanou asfaltovou směs do jakostní třídy při způsobu zkoušení navrženém vyhláškou. **Počty dílčích vzorků, tvořících směsný vzorek jsou v návrhu vyhlášky nedostatečné, množství materiálu reprezentované analýzou jednoho vzorku je předimenzované.**

Návrh vyhlášky v případě vybourané znovuzískané asfaltové směsi neuvažuje možnost, že tato směs vznikla z různých zdrojů původu, proto je heterogenita směsi zcela přirozenou vlastností tohoto materiálu. Pouze dostatečný počet dílčích vzorků tvořících směsný vzorek a snížení hmotnosti hodnocené dávky na směsný vzorek mohou přinést očekávaný záměr, pro který byla vyhláška připravena.

Doporučujeme minimálně respektovat pro postupy zkoušení uvedené v normě ČSN EN 13108-8 Asfaltové směsi – Specifikace pro materiály – Část 8: R-materiál, tzn.:

- 1 zkouška/500 t znovuzískané asfaltové směsi,
- nejméně 5 zkoušek z hromady (zásoby),
- nejméně 1 zkouška z 2000 t (za všech okolností),
- statistické vyhodnocení výsledků a kvantitativní pravidla pro toto vyhodnocení.