

# Vyluhovací testy pro solidifikované odpady

Lenka Hanuliaková

---

Bakalářská práce  
2015



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství ochrany životního prostředí

akademický rok: 2014/2015

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Lenka Hanuliaková**

Osobní číslo: **T12296**

Studijní program: **B2808 Chemie a technologie materiálů**

Studijní obor: **Inženýrství ochrany životního prostředí**

Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Vyluhovací testy pro solidifikované odpady**

Zásady pro vypracování:

1. Zpracuje literární rešerši o hodnocení vyluhovatelnosti solidifikovaných odpadů.
2. Provedte experimentální studii vlivu způsobu vyluhování solidifikovaného odpadu na výsledky vyluhovacího testu.
3. Dosažené výsledky přehledně písemně zpracujte a kriticky zhodnoťte.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

-VAN DER SLOOT, H.A, L. HEASMAN a Ph. QUEVAUVILLER. Harmonization of leaching/extraction tests. 1998. vyd. Amsterdam: Elsevier science B.V., 1998. ISBN 0-444-82080-7

- Song, FY at al., Leaching behavior of heavy metals from sewage sludge solidified by cement-based binders, CHEMOSPHERE 92(2013), str. 344-350

Vedoucí bakalářské práce:

**doc. Ing. Vratislav Bednařík, Ph.D.**

Ústav inženýrství ochrany životního prostředí

Datum zadání bakalářské práce:

**20. ledna 2015**

Termín odevzdání bakalářské práce:

**22. května 2015**

Ve Zlíně dne 10. února 2015

doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.

*děkan*



doc. Mgr. Marek Koutný, Ph.D.

*ředitel ústavu*

Příjmení a jméno: HANUŠKOVÁ LENA.....

Obor: IOZP.....

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby <sup>1)</sup>;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 <sup>2)</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 21.5.2015

.....Hanušková.....

<sup>1)</sup> zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydělečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

<sup>2)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

<sup>3)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpírá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlédne k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

## **ABSTRAKT**

Tato bakalářské práce se zabývá vyluhovacími metodami pro stabilizované/ solidifikované odpady. Solidifikované odpady jsou vyluhovány po dobu 24 hodin různými metodami vyluhování pro drcený, celistvý odpad a monolitický odpad, který je ošetřen různými druhy nátěrů, které slouží jako sekundární bariéra. Mezi zvolenými metodami vyluhování jsou na rotační třepače, vibrační třepače a systému za pomoci míchadla.

Klíčová slova:

vyluhovací testy, nebezpečný odpad, monolitická tělesa, drcený odpad, selen, koncentrace chloridů, rozpuštěné látky

## **ABSTRACT**

This thesis deals with the leaching methods for stabilised/solidified waste. Stabilised waste are leached for 24 hours in different ways methods for leaching the crushed, compact waste and monolithic waste which is treated with different kinds of coatings which serve as the secondary barrier. Among the methods of extraction are chosen on a rotary shaker, vibrating shaker system using a stirrer.

Keywords:

leaching tests, hazardous waste, monolithic bodies, shredded scrap, selenium, chloride concentrations of solute

Chtěla bych poděkovat mému vedoucímu bakalářské práce panu doc. Ing. Vratislavu Bednaříkovi, Ph.D. za nekonečnou trpělivost, cenné rady, odborné vedení, náměty a informace, které mi poskytl při vedení mé bakalářské práce.

Dále bych poděkovala Ing. Štěpánu Vinterovi a Bc. Josefovi Řezníčkovi za cenné rady a pomoc.

Také děkuji své rodině za psychickou podporu po celou dobu mého studia.

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>10</b>
<b>TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>11</b>
<b>1 SOLIDIFIKACE ODPADŮ</b> .....	<b>12</b>
1.1 SOLIDIFIKAČNÍ TECHNOLOGIE .....	12
1.2 POJIVA.....	13
1.2.1 Organická pojiva .....	13
1.2.2 Anorganická pojiva .....	14
<b>2 NEBEZPEČNÝ ODPAD</b> .....	<b>15</b>
<b>3 METODY VYLUHOVÁNÍ</b> .....	<b>17</b>
3.1 FAKTORY OVLIVŇUJÍCÍ VYLUHOVACÍ TESTY .....	17
3.2 METODY VYLUHOVÁNÍ ODPADŮ POUŽÍVANÉ V ČR .....	18
3.3 METODY VYLUHOVÁNÍ ODPADŮ POUŽÍVANÉ V ZAHRANIČÍ .....	18
3.3.1 SPLP - Synthetic Precipitation Leaching Procedure.....	19
3.3.2 EP – Extraction Procedure .....	19
3.3.3 TCLP – Toxicity Characteristic Leaching Procedure .....	19
3.3.4 TVA Eluat Test .....	20
<b>PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>21</b>
<b>4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b> .....	<b>22</b>
4.1 POUŽITÉ POMŮCKY A PŘÍSTROJE.....	22
4.2 POUŽITÉ CHEMIKÁLIE.....	22
4.2.1 Odpad .....	22
4.3 PŘÍPRAVA MONOLITICKÝCH TĚLES .....	23
4.3.1 Monolitická tělesa bez nátěru.....	23
4.3.2 Monolitická tělesa s nátěrem.....	23
4.3.2.1 Nátěr č. 1 .....	23
4.3.2.2 Nátěr č. 2.....	24
4.3.2.3 Nátěr č. 3.....	24
4.4 POUŽITÉ METODY VYLUHOVÁNÍ.....	24
4.4.1 Vyluhovací testy na vibrační třepačce – drcené tělesa.....	24
4.4.2 Vyluhovací testy na vibrační třepačce – celistvá tělesa .....	24
4.4.3 Vyluhovací testy na rotační třepačce – drcená tělesa.....	24
4.4.4 Systém s míchadlem.....	25
4.5 TESTY VYLUHOVATELNOSTI MONOLITICKÉHO TĚLESA.....	25
4.5.1 Měření pH .....	26
4.5.2 Stanovení rozpuštěných látek.....	26
4.5.3 Stanovení koncentrace chloridů .....	26
4.5.4 Stanovení koncentrace selenu pomocí atomové absorpční spektrometrie.....	28
<b>VÝSLEDKY A DISKUZE</b> .....	<b>29</b>
<b>5 VYLUHOVACÍ TESTY</b> .....	<b>30</b>
5.1 PRVNÍ SÉRIE VYLUHOVACÍCH TESTŮ .....	30
5.1.1 Stanovení pH a vodivosti .....	30



5.1.2	Rozpuštěné látky .....	31
5.1.3	Stanovení koncentrace chloridů .....	34
5.1.4	Stanovení koncentrace selenu .....	35
5.2	DRUHÁ SÉRIE VYLUHOVACÍCH TESTŮ .....	37
5.2.1	Stanovení pH a vodivosti .....	37
5.2.2	Rozpuštěné látky .....	38
5.2.3	Stanovení koncentrace chloridů .....	39
5.2.4	Stanovení koncentrace selenu .....	39
5.3	TŘETÍ SÉRIE VYLUHOVACÍCH TESTŮ .....	40
5.3.1	Stanovení pH a vodivosti .....	41
5.3.2	Rozpuštěné látky .....	41
5.3.3	Stanovení koncentrace chloridů .....	42
5.3.4	Stanovení koncentrace selenu .....	43
5.4	ČTVRTÁ SÉRIE VYLUHOVACÍCH TESTŮ .....	44
5.4.1	Stanovení pH a vodivosti .....	44
5.4.2	Rozpuštěné látky .....	45
5.4.3	Stanovení koncentrace chloridů .....	46
5.4.4	Stanovení koncentrace selenu .....	47
5.5	DALŠÍ ZKOUŠENÁ MĚŘENÍ .....	48
<b>ZÁVĚR .....</b>		<b>49</b>
<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....</b>		<b>51</b>
<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK .....</b>		<b>53</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>		<b>54</b>
<b>SEZNAM TABULEK .....</b>		<b>55</b>
<b>SEZNAM PŘÍLOH .....</b>		<b>56</b>

## ÚVOD

Životní prostředí je v současné době neúměrně zatěžováno stále větším množstvím vznikajících odpadů. V řadě průmyslových procesů je produkován odpad, který obsahuje toxické látky v rozpuštěné nebo vysrážené formě. Mezi tyto kontaminanty patří i těžké kovy, které mohou pronikat do potravního řetězce, kumulovat se v živých tkáních, a způsobovat tak vážné poškození zdraví. Proto je nutné převádět takové odpady do fyzikálně a chemicky stabilní formy, ve které budou přítomné škodliviny od poškození izolovány. Jednou z metod této úpravy odpadů je jejich stabilizace/solidifikace. [1]

Ve své bakalářské práci se budu zabývat solidifikací odpadu s vysokým obsahem rozpustných látek, protože problematika hromadících se odpadů v dnešní společnosti je závažný problém, který mně osobně zajímá. Cílem této práce je porovnat různé testování vyluhování odpadů normovanými a mnou zvolenými.

Jednou z metod vyluhování použitou v experimentu je i vyluhovací test, který je předepsaný vyhláškou 294/2005 Sb., který vyžaduje vyluhování doprovázené plynulým otáčením nádoby o rychlosti 5 – 10 ot. /min. se vzorkem solidifikovaného odpadu způsobem „hlava pata“. [2]

Tento způsob vyluhování není vhodný pro vyluhování monolitických těles solidifikovaných odpadů, protože při něm hrozí riziko rozbití vyluhovací nádoby, nebo popřípadě k nepravidelnému rozbíjení vyluhovaného zkušebního tělesa a výsledky jsou pak špatně reprodukovatelné.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 SOLIDIFIKACE ODPADŮ

Solidifikace je metoda, kdy dochází k fyzikálně-chemickým změnám odpadu. Touto metodou můžeme upravovat širokou škálu odpadů jak pevného tak i kapalného skupenství. Díky této metodě může být poté odpad uložen na skládku. Tento způsob využíváme proto, abychom dosáhli následujících kritérií:

- Snížení rozpustnosti polutantů.
- Snížení povrchu odpadů, prostřednictvím kterého dochází k uvolňování polutantů do životního prostředí. [1]

Jedná se o proces, kdy ze směsi odpadu vytvoříme pevnou matici. K tomu používáme pojiva jako je například cement, popílek, hydraulické vápno nebo vápenný hydrát. [26] Působením pojiva vznikem monolitické, pevné těleso, čímž dochází k podstatnému snížení pohyblivosti kontaminantů. Vytvořením pevného tělesa dochází k redukci povrchu odpadů a touto fixací je eliminováno nebezpečí pro životní prostředí. [4]

Jistým druhem solidifikace je také fixace a enkapsulace. K fixaci dochází, když malé částičky odpadu reagují nebo popřípadě vytvářejí směsi se solidifikačním médiem. Pokud však složky odpadu nejsou schopny mísit se se solidifikačním médiem, potom se jedná o případ enkapsulace, kdy odpad izolují částičky z média od životního prostředí. [5]

Výstupní těleso by mělo být odolné vůči chemickým nebo biologickým rozkladným procesům, aby nedocházelo k uvolňování kontaminantů. [5]

Účinnosti solidifikace je hodnocena jak po stránce fyzikální tak i chemické různými analytickými metodami. Důležitými zkouškami z fyzikálního hlediska je pevnost v tlaku, kdy zjišťujeme, jak solidifikované těleso odolává namáhání při uložení na skládky odpadů. Těleso by také mělo odolávat proměnlivosti klimatických podmínek jako je například vysoké teploty, mráz, vlhkost aj. [5,3]

Významnou součástí hodnocení solidifikovaných tedy upravených odpadů tvoří také vyluhovací testy. Znamená to, že odpad vystavíme vlivu různých vyluhovacích médií a v závislosti na čase sledujeme obsah kontaminantu ve výluhu. Jako vyluhovací médium je používána především destilovaná voda. [3-5]

### 1.1 Solidifikační technologie

Pro imobilizaci odpadů před uložením na skládku využíváme solidifikačních technologií:

- cementace,

- bitumenace,
- vitrifikace,
- fixace do vhodných materiálů. [1]

Cementace je založena na fixaci odpadů do pevné matrice. Odpad se mísí s cementem ve vhodném poměru. Cementace je vhodná pro anorganické odpady. Nevýhodou této metody je objem výsledného tělesa. Výhodou je nízká cena a v některých případech je možné využití odpadu s cementem ve stavebnictví. [1,5]

Bitumenace je proces mísení odpadu s asfaltovým pojivem, které ale vyžaduje odvodnění zpracovávaného odpadu nejlépe ve filmových rotorových odparkách. Po odpaření nadbytečné vody se mísí odpad s bitumenem. Výsledkem jsou kvalitnější produkty z hlediska vyluhovatelnosti a objemu, který je oproti cementaci nižší, proto je metoda vhodná pro odpady ukládané na skládku. [1,4]

Vitrifikace je proces založený na tavení odpadu a současném přimíchávání sklotvorných látek (skelné střepy) do odpadu. Vzniká sklo, které je vysoce odolné vůči působení vody, ale výsledně vzniká také vysoce inertní materiál, který se může využít ve stavebnictví jako například dlaždice nebo obklady. [1,4]

## 1.2 Pojiva

Pojiva jsou látky, za pomoci kterých lze převést do kašovitě formy, vzájemně smíchat a postupem času vytvoří z odpadu pevnou formu. Dochází tedy ke spojování zrn do pevné matrice.

Tento proces můžeme rozdělit na dvě stádia – tuhnutí a tvrdnutí. Tuhnutím směs ztrácí kašovitou konzistenci a není teda tekutá. Bod tvrdnutí je potom úplné ztuhnutí hmoty a časem narůstá pevnost, kterou potřebujeme dosáhnout, abychom tento odpad mohli fixovat a uskutečnit praktická měření a popřípadě uložit odpad na skládku. [7]

Solidifikační pojiva můžeme rozdělit na organická a anorganická. [5,6]

### 1.2.1 Organická pojiva

Organická pojiva využíváme u těch typů odpadů, které se obtížněji zneškodňují chemicky například radioaktivní odpady. Mezi nejpoužívanější pojiva se řadí bitumeny, polyestery, polyolefiny, epoxidy, živice aj. Výhodou jejich použití je hydrolytická stabilita nebo odolnost vůči biodegradaci připraveného solidifikátu, a nízký stupeň permeability. [5]

### 1.2.2 Anorganická pojiva

Mezi anorganická pojiva se nejčastěji řadí portlandský cement, sádra, vápno, silikáty, pucolánové materiály, která nepodléhají biologickému rozkladu. Anorganická pojiva dělíme na hydraulická a nehydraulická. [7,6]

- Mezi hydraulická pojiva patří například cement, hydraulické vápno. Uvedená pojiva tvrdnou smícháním s vodou na vzduchu i pod vodou.
- Nehydraulická pojiva nebo také vzduchová pojiva tvrdnou pouze na vzduchu a jsou odolná vůči vodě, ale až ve vytvrzené formě. Do této kategorie patří vzdušné vápno. [7]

Portlandský cement se přidává do směsi za vzniku betonu. Další příměsi, které přidáváme k tomuto cementu je voda, písek a někdy i popílek, který obsahuje silikáty. V případě, že přidáme popílek, se dosáhne úspory cementu. Portlandský cement je výrazně dražší, ale relativně bezpečná volba při solidifikaci odpadu. Značnou nevýhodou je, že nedokáže vázat veškeré kontaminanty do cementové matrice, proto může docházet k uvolňování některých kontaminantů. [6]

Pucolánové materiály jsou jak vulkanického tedy přírodního původu, které se těží v Itálii tak i umělé vznikající spalováním fosilních paliv. Obsahují drobná zrna krystalických křemičitanů tedy silikátů. Smícháním s vodou a vápnem reagují a poté vznikají pevné materiály podobné cementu. Výhodou tohoto materiálu je nižší nákladnost, protože popílek je vedlejším produktem u energetických procesů. [6]

## 2 NEBEZPEČNÝ ODPAD

Nebezpečné odpady jsou podle definice uvedené v zákoně č. 185/2001 Sb., o odpadech v platném znění. Jedná se o jakýkoliv odpad vykazující jednu nebo, více nebezpečných vlastností uvedených v příloze k tomuto zákonu. Řazení do kategorie nebezpečných odpadů je vymezeno podle těchto 15 nebezpečných vlastností: [8]

*Tab. 1.: Seznam nebezpečných vlastností odpadů [8, 10]*

	<b>Charakterizace nebezpečného odpadu</b>
<b>H1</b>	Výbušnost
<b>H2</b>	Oxidační schopnost
<b>H3 – A</b>	Vysoká hořlavost
<b>H3-B</b>	Hořlavost
<b>H4</b>	Dráždivost
<b>H5</b>	Škodlivost zdraví
<b>H6</b>	Toxicita
<b>H7</b>	Karcinogenita
<b>H8</b>	Žravost
<b>H9</b>	Infekčnost
<b>H10</b>	Teratogenita
<b>H11</b>	Mutagenita
<b>H12</b>	Schopnost uvolňovat vysoce toxické nebo toxické plyny ve styku s vodou, vzduchem nebo kyselinami
<b>H13</b>	Senzibilita
<b>H14</b>	Ekotoxicita
<b>H15</b>	Schopnost uvolňovat nebezpečné látky do životního prostředí při nebo po odstraňování

Nebezpečný odpad je tedy definován jako odpad, který by mohl mít nepříznivý vliv na životní prostředí, ale také i na lidské zdraví. Vzniká v průmyslu, zemědělství, ve zdravotnictví, v dopravě anebo také v domácnostech, aj. Nakládání s nebezpečným odpadem má vyšší požadavky na jeho ukládání, než nakládání s odpadem například komunálním ať už se jedná o ukládání odpadu na skládky nebo spalování či třídění. Odstraněním nebezpeč-

ných vlastností nebezpečného odpadu provádíme metodami solidifikací, biodegradací, neutralizací aj. [9]



### 3 METODY VYLUHOVÁNÍ

Metody vyluhování lze rozdělit do 3 skupin:

- První metodou jsou statické testy. Tento test se provádí u zrnitých nebo monolitických těles. Doba vyluhování trvá několik hodin nebo až několik dní. Tento vyluhovací test se používá pro půdní, drcený vzorek.
- Druhou používanou metodou jsou dynamické testy. Využíváme zrnitý odpadový materiál. Test u tohoto vzorku se provádí převážnou většinou bez úpravy odpadu, neboli vzorku a tato metoda vyluhování trvá dny až týdny.
- Třetí metoda testu vyluhovatelnosti se taktéž provádí ve vyluhovacích nádobách. Pro tuto metodu se však volí monolitický vzorek neboli monolitické těleso. Doba vyluhovatelnosti se může provádět několik dní až týdnů. [11]

#### 3.1 Faktory ovlivňující vyluhovací testy

Mnoho testů jsou variace založeny na stejném základním principu s malými úpravami v konkrétních testovacích podmínkách. Všechny existující testy lze rozdělit do skupin podle jejich hlavní charakteristiky, jako jsou:

- Rovnováhy nebo částečné rovnováhy vyluhovacích testů
  - Jednotlivá dávka extrakce s a bez kontroly pH.
  - Jednoduchá extrakce tvořená komplexy z organických složek.
  - Jednoduché extrakce zaměřena na nízkých kapalných/pevných poměrech.
- Dynamické testy na vyluhování
  - Proudící testy pro mnohonásobné/ opakované dávky.
  - Vyluhovací zkoušky v nádržích.
- Specifické testy zaměřené na problematiku chemických parametrů
  - Statistické pH testy.
  - Postupná chemická extrakce. [12]

V literatuře se uvádí typické fyzikální faktory, které mohou ovlivnit výluh je:

- Geometrický tvar materiálů, z kterého je vyluhování kontrolováno převážně pomocí difúzních procesů.

- Homogenita nebo heterogenita pevné matrice, pokud se jedná o minerální strukturu.
- Teplota během výluhu.
- Časový rámec.
- Pórovitost tuhé matrice.
- Průtok výluhu.
- Propustnost matrice při testech nebo v polních podmínkách.
- Velikost částic výluhu, a části týkající se povrchu vystavenému vyluhování.
- Hydrogeologické podmínky.

Mezi typické chemické faktory, které mohou ovlivnit výluh je:

- Hodnota pH materiálu nebo okolí uložení.
- Potenciál vyluhovatelnosti prvků.
- Komplexnost anorganických a organických sloučenin.
- Biologicky vytvářené faktory, které ovlivňují pH, redoxní potenciál, anebo komplexy s organickými látkami.
- Redoxní stav materiálu nebo okolí uložení.
- Rovnováha nebo kinetická kontrola uvolnění. [12]

### 3.2 Metody vyluhování odpadů používané v ČR

Legislativa České republiky předepisuje vyhlášku, podle které se provádí vyluhovací test dle normy ČSN EN 12 457/1-4. Vyhláška dále stanovuje vyluhovací testy pro solidifikované odpady jako monolitická tělesa. Vyluhovací médium se v ČR podle norem používá destilovaná voda v poměru se solidifikovaným odpadem  $L/S = 10/1$ . [13, 14]

### 3.3 Metody vyluhování odpadů používané v zahraničí

Metody vyluhování v zahraničí jsou na stejném principu, avšak liší se například v poměru kapalné fáze k fázi pevné. Vyluhovací médium není vždy destilovaná voda, jako tím je u vyluhovacích testů v ČR. Vyluhovacím médiem v zahraničí může být také například kyselina octová, loužící roztoky s rostoucím stupněm acidity, 0,2 M citrát sodný. [11]

Metody vyluhování používané v zahraničí jsou především:

- SPLP – Synthetic Precipitation Leaching Procedure.
- EP – Extraction Procedure.

- TCLP – Toxicity Characteristic Leaching Procedure.
- TVA Eluat Test. [12]

### 3.3.1 SPLP - Synthetic Precipitation Leaching Procedure

Tato metoda byla určena k stanovení mobility jak organických tak i anorganických analytů, které jsou obsaženy v kapalinách, půdách a odpadech. [15]

Metoda byla navržena tak, aby simulovala materiál sedící na místě v blízkosti srážek, a předpokládá se, že déšť je mírně kyselý. [16]

Tato metoda byla původně navrhována, aby zhodnotila jak čistit půdu pod programem EPA „Clean Closure Program“. Tímto testem můžeme odhadnout výluh z odpadů umístěných na skládkách, které jsou vystaveny kyselým dešťům.

SPLP je podobná metodě TCLP. [15]

### 3.3.2 EP – Extraction Procedure

Jedná se o standardní vsázkový vyluhovací test vyvinutý americkou agenturou na ochranu životního prostředí pro klasifikaci odpadů. Granulovaný odpad se extrahuje po dobu 24 hodin při poměru kapalné a pevné složky:  $L / S = 20 \text{ l / kg}$ , s destilovanou vodou a přerušovaným přidáváním kyseliny octové (HAC) pro udržení konstantní hodnoty pH 5. Avšak přídavek kyseliny octové je omezen na maximálně 4 ml z 0,5M HAC na 100 g odpadu, protože stupeň kontroly pH je závislý na alkalitě odpadů. Metoda, která byla nahrazena metodou TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure) v roce 1990 v právních předpisech pro nakládání s odpady ve Spojených státech amerických má simulovat scénář špatného hospodaření, v němž je odpad likvidován společně s domácím odpadem. [12]

### 3.3.3 TCLP – Toxicity Characteristic Leaching Procedure

Jedná se o standardní vsázkový vyluhovací test vyvinutý v USA agenturou EPA. Test je určen pro stanovení mobility anorganických a organických znečišťujících látek v kapalném, pevném a odpadu s více fázemi. Vyhodnocuje vyluhovatelnost těžkých kovů, částečně těžkých organických sloučenin a pesticidů z odpadů [15]. Vyluhovací test se provádí při poměru kapalné a pevné fáze:  $L / S = 20 \text{ l / kg}$ . Vyluhovací doba je  $18 \pm 2$  hodiny. TCLP se podobá extrakčnímu testu toxicity EP. Největší rozdíl těchto metod je, že TCLP předepisuje volbu mezi dvěma vyluhovacími médii, v závislosti na alkalitě odpadního materiálu. Velmi alkalické odpadní materiály se vyluhují s pevným určeným množstvím roztoku kyseliny octové ( $\text{pH} = 2,88$ ) a další odpadní materiály se vyluhují s pevným množ-

stším pufového roztoku o hodnotě  $\text{pH} = 4,93$  tvořeného roztokem HAC a NaOH. Obecně, výsledná hodnota  $\text{pH}$  v eluátu bude přibližně 5, ale u silně alkalických odpadních materiálů, může být hodnota  $\text{pH}$  i mezi 5 a 12, což může mít za následek velmi proměnlivé výsledky zkoušek. [12]

#### **3.3.4 TVA Eluat Test**

Švýcarský standardní sériový vsádkový vyluhovací test užitý ve švýcarské směrnici pro nakládání s odpady. Zkouška se skládá ze dvou po sobě jdoucích extrakcí při poměru  $L / S = 10 \text{ l} / \text{kg}$  s destilovanou vodou. Při extrakci odpadu, který je neustále probubláván  $\text{CO}_2$  vodou ze spodní části nádoby, co obvykle vede k ustálení hodnoty  $\text{pH}$  v rozmezí 5-6. Doba kontaktu je 24 hodin pro každou extrakci. Neexistují žádné požadavky na velikost částic a test se používá pro granulované odpady. [12]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 4.1 Použité pomůcky a přístroje

- Kuchyňský robot, KitchenAid Artisan, 5KSM150, USA;
- analytické váhy, Scaltec SBC 32, Německo;
- předvážky, Kern 440-22, Německo;
- pH metr, Inolab pH 730P, Wissenschaftlich – Technische Werkstätten, Německo;
- filtrační zařízení – teflonové;
- míchačka elektromagnetická MM2 A, Laboratorní přístroje Praha, ČR;
- míchačka magnetická s ohřevem, Lavat MM-4;
- vibrační třepačka, RS 10 Basic IKA;
- rotační třepačka, RSR 01/6 Labio;
- atomový absorpční spektrometr GBC 933AA, GBC Scientific equipment PTY LTD, Austria;
- konduktormetr, Microprocessor Conductivity Meter LF 3000

### 4.2 Použité chemikálie

Skalice zelená ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), technická, Kemifloc a.s., ČR

Směsný portlandský cement; CEM II. /B – LL 32,5 R; Hranice a.s., ČR

Dusičnan stříbrný p.a. ( $\text{AgNO}_3$ ), Safina – Vestec – n.p.

Chlorid sodný p.a. ( $\text{NaCl}$ ), Lachema, s.p. Brno

Kyselina dusičná p.a. ( $\text{HNO}_3$ ), 65%; Merk - Německo

Fenolftalein p.a., Lachema, Brno

Chroman draselný p.a. ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ), Lachema, s.p. Brno

#### 4.2.1 Odpad

Odpad, se kterým jsem pracovala v experimentální části mé bakalářské práce, je odpad z recyklace hořčikových slitin. Tento odpad je podrobně popsán v diplomové práci „Stabilizace/solidifikace odpadu s vysokým obsahem hořčiku“ z roku 2013 paní Ing. Dany Nohálové. [17]

### 4.3 Příprava monolitických těles

Pro přípravu monolitických těles solidifikovaného odpadu se použily poměry přísad již od zmíněné paní Ing. Dany Nohálové v tomto poměru: [17]

*Tab. 2.: Příprava S/S odpadu – poměry přísad*

Poměry směsi:	Příprava:
50% odpadu	2000 g
30% cementu	1200 g
20% skalice zelené	800 g
53 ml H <sub>2</sub> O na 100 g směsi	2120 ml

Prvním krokem přípravy monolitických těles bylo rozpuštění skalice zelené v odměřeném množství destilované vody. Poté se všechny připravené suroviny smíchaly do mísy, ve které došlo k homogenizaci směsi za pomoci kuchyňského robota. Doba míchání směsi byla 5 – 10 minut. Takto připravovaná směs se poté manuálně převedla do plastových vzorkovnic o výšce 70 mm a průměru 29 mm. Naplněné vzorkovnice odpadem byly uzavřeny plastovými víčky, docházelo tedy k tvrdnutí bez přístupu vzduchu a byly ponechány uzavřené 103 dnů. Vznikla solidifikovaná tělesa ve tvaru válečků o hmotnosti pohybující se 50 g a počtu 100 ks solidifikovaných těles.

#### 4.3.1 Monolitická tělesa bez nátěru

Připravená monolitická tělesa popsána v kapitole 4.3 nebyla ošetřena žádným chemickým nátěrem. Tělesa tedy byla vyluhována bez chemického ošetření.

#### 4.3.2 Monolitická tělesa s nátěrem

Polovina z připravených monolitických těles byla potřena ochrannými nátěry. Tyto nátěry by měly plnit funkci sekundární bariéry. Předpokládá se, že tato bariéra úplně eliminuje, nebo alespoň částečně omezí rozpouštění látky ve výluhu.

##### 4.3.2.1 Nátěr č. 1

Nátěr číslo 1 je červená akrylátová barva od firmy ETERNAL, která slouží na venkovní i vnitřní použití. Nátěr slouží pro materiály jako je dřevo, beton, ocel nebo pozinko-

vaný plech. Tento nátěr jsme aplikovali dvěma vrstvami na jednotlivé monolitická tělesa v počtu 17 kusů.

#### 4.3.2.2 Nátěr č. 2

Nátěr číslo 2 je vodná emulze z methylsilikonové pryskyřice. Tento nátěr se aplikoval pro 16 monolitických těles. Tento nátěr byl taktéž vytvářen dvěma vrstvami emulze na jednotlivá monolitická tělesa.

#### 4.3.2.3 Nátěr č. 3

Pro tento typ se použila kombinace těchto dvou uvedených nátěrů. Nátěr se skládal z první vrstvy akrylátové barvy a po uschnutí se aplikovala druhá vrstva methylsilikonové pryskyřice. Takto zvolený nátěr byl použit pro 16 monolitických těles.

### 4.4 Použité metody vyluhování

Vyluhovatelnost se stanovovala třemi metodami a to pomocí:

- vibrační třepačky,
- rotační třepačky,
- pomocí míchadla.

#### 4.4.1 Vyluhovací testy na vibrační třepačce – drcené tělesa

Připravené monolitické těleso se hrubě rozdrtilo na drtičce a poté se ještě rozetřelo v třecí misce, aby se dosáhlo velikosti částic monolitického tělesa na 4 mm. Rozdrcené těleso se vždy musí zvážit. K hmotnosti rozdrceného monolitického tělesa se poté přidala destilovaná voda v poměru  $L/S = 10/1$ . Zvážená drť se kvantitativně převedla do vymyté vyluhovací skleněné nádoby spolu s destilovanou vodou. Tato drť se nechala extrahovat po dobu 24 hodin  $\pm$  30 minut při 150 kmitů/min.

#### 4.4.2 Vyluhovací testy na vibrační třepačce – celistvá tělesa

Monolitické těleso se zvážilo a v poměru  $L/S = 10/1$  se převedlo do vyluhovací nádoby. Toto těleso se nechalo extrahovat po dobu 24 hodin  $\pm$  30 minut a 150 kmitů/min.

#### 4.4.3 Vyluhovací testy na rotační třepačce – drcená tělesa

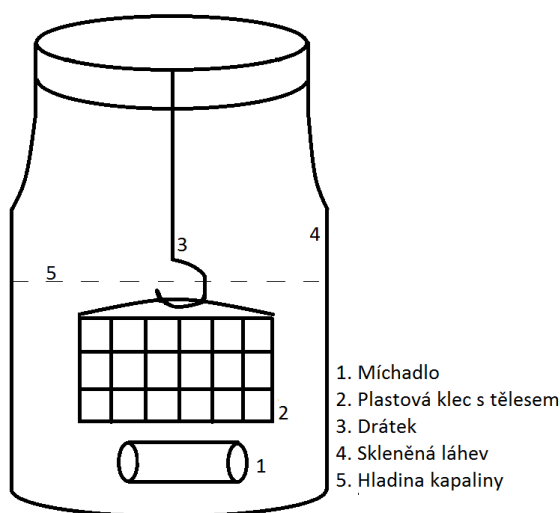
Připravené těleso se opět hrubě rozdrtilo, rozetřelo v třecí misce na drobné zrna o



velikosti 4 mm. Takto připravená drť opět zvažila a přidala destilovaná voda v poměru  $L/S = 10/1$  do speciální vymyté vyluhovací nádoby po dobu 24 hodin  $\pm$  30 minut při 5,25 ot./min.

#### 4.4.4 Systém s míchadlem

Tento systém se skládal ze skleněné láhve, plastového košíčku, magnetického míchadla, míchačky a závěsného drátku. Připravené monolitické těleso bylo před extrakcí zváženo a poté vloženo do plastového košíčku. Košíček se dále zavěsil na drátek a tento drátek byl zachycen v plastovém víčku vyluhovací nádoby. Do této nádoby byla opět přivedena destilovaná voda v poměru  $L/S = 10/1$  spolu s magnetickým míchadlem. Extrakce se prováděla při maximálních otáček na dvou typech míchadel po dobu 24 hodin  $\pm$  30 minut.



Obr. 1.: Systém s míchadlem

#### 4.5 Testy vyluhovatelnosti monolitického tělesa

Před samotnými vyluhovacími testy byly vždy před a po vyluhovacím testu skleněné nádoby vymývány 1M  $\text{HNO}_3$  a poté důkladně propláchnuty destilovanou vodou. Po skončení doby vyluhování se všechny výluhy přefiltrovaly přes teflonové filtrační zařízení obsahující filtry se skleněnými vlákny o velikosti pórů 4,5  $\mu\text{m}$ . Po filtraci výluhů se před uložením do lednice stanovila konduktivita a pH.

#### 4.5.1 Měření pH

Hodnota pH výluhů byla měřena pomocí pH metru Inolab pH 730P za pomoci kombinované skleněné elektrody. Před každým měřením pH daných etap přefiltrovaných výluhů se vždy provedla standardizace za pomoci pufrů 7 a 10.

#### 4.5.2 Stanovení rozpuštěných látek

K tomuto stanovení bylo odpipetováno 10 ml výluhu, které bylo kvantitativně převedeno do keramické misky a sušeno do konstantní hmotnosti v sušárně při 105°C. Keramické misky byly důkladně umyty vysušeny a taktéž zváženy do konstantní hmotnosti. Po celou dobu stanovení rozpuštěných látek byly uchovávány v exikátorech.

Výpočet  $RL_{105}$ :

$$RL_{105} = \frac{m_2 - m_1}{V_0} \cdot 1000 \quad (1)$$

Vysvětlivky:

$RL_{105}$ : rozpuštěné látky při 105°C [mg/l]

$m_2$ : hmotnost vysušené keramické misky s výluhem [g]

$m_1$ : hmotnost čisté vysušené keramické misky [g]

$V_0$ : objem vzorku který byl použit pro stanovení RL [l]

#### 4.5.3 Stanovení koncentrace chloridů

Stanovení koncentrace chloridů se provádělo u všech vzorků pomocí odměrného roztoku 0,5M  $AgNO_3$ . Dusičnan stříbrný po kvantitativním převedení do odměrné baňky byl uchováván v tmavé láhvi a v uzavřené skřínce z důvodu působení světla, které by mohlo ovlivnit připravený roztok. Před každým stanovením jednotlivých etap extraktů se provedla standardizace  $AgNO_3$  pro zjištění přesné koncentrace tohoto roztoku za pomoci odměrného roztoku NaCl o koncentraci 0,5M. Při standardizaci se titrovalo 10 ml odměrného roztoku NaCl na indikátor  $K_2CrO_4$  odměrným roztokem  $AgNO_3$  ze žlutého zbarvení do stálého červeno – hnědého zbarvení.

Samotné stanovení chloridů se provádělo odpipetováním 10 ml výluhu. Pokud se pH výluhů pohybovalo nad 8, pak se postupovalo následovně: k 10 ml výluhu se přidal fenolftalein a poté po kapkách 1M  $HNO_3$  dokud se z růžového roztoku stal bezbarvý roztok. Poté se postupovalo obdobně jako při standardizaci. Do zneutralizovaného roztoku se

přidá pár kapek indikátoru  $K_2CrO_4$  a opět se roztok titroval do červeno – hnědého zbarvení.

Příprava přesné navážky pro NaCl o koncentraci 0,5M:

$$m_{NaCl} = c_{NaCl} \cdot V \cdot M_{NaCl} \quad (2)$$

Vysvětlivky:

$m_{NaCl}$  : hmotnost NaCl [g]

$c_{NaCl}$ : koncentrace NaCl [mol/l]

V: objem odměrné baňky [l]

$M_{NaCl}$ : molární hmotnost NaCl [g/mol]

Výpočet pro přesnou koncentraci roztoku NaCl:

$$c_{NaCl} = \frac{m_{NaCl}}{V \cdot M_{NaCl}} \quad (3)$$

Standardizace  $AgNO_3$ :

$$c_{Ag^-} = \frac{V_{NaCl} \cdot c_{NaCl}}{V_0} \quad (4)$$

Vysvětlivky:

$c_{Ag^-}$ : přesná koncentrace  $AgNO_3$  [mol/l]

$V_{NaCl}$ : pipetáž NaCl [ml]

$V_0$ : spotřeba  $AgNO_3$  [ml]

Stanovení obsahu chloridů ve výluhu:

$$c_{Cl^-} = \frac{c_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3}}{V_{vz.}} \cdot M_{Cl} \cdot 1000 \quad (5)$$

Vysvětlivky:

$c_{Cl^-}$ : přesná koncentrace chloridů [mg/l]

$c_{AgNO_3}$ : přesná koncentrace  $AgNO_3$  [mol/l]

$V_{AgNO_3}$ : spotřeba  $AgNO_3$  [ml]

$V_{vz}$ : pipetáž vzorku [ml]

$M_{Cl^-}$ : molární hmotnost chloru [g/mol]

#### 4.5.4 Stanovení koncentrace selenu pomocí atomové absorpční spektrometrie

Stanovení selenu se provádělo pomocí atomové absorpční spektrometrie (AAS) v grafitové peci. Kalibrace byla provedena pomocí odměrného roztoku s koncentrací selenu  $0,5 \mu\text{g/ml}$ , který byl připraven naředěním komerčního standardního roztoku selenu. Některé výluhy bylo nutno ředit destilovanou vodou v poměru 1:50.

### **III. VÝSLEDKY A DISKUZE**

## 5 VYLUHOVACÍ TESTY

Vyluhovací testy se rozdělovaly do 4 sérií. V první sérii byla monolitická tělesa vyluhována metodami popsány v kapitole 4.4.1 až 4.4.4. Druhou až čtvrtou sérií vyluhovacích testů byla pro tělesa s jednotlivými nátery, která jsou popsána v kapitole 4.4.2 až 4.4.4. Pro tyto tělesa byla použita metoda vyluhování jen vibrační metodou a metodou za pomoci míchadla. Analyzované extrakty poté byly porovnávány s limitními hodnotami pro IIa. a III. třídy vyluhovatelnosti. [14]

### 5.1 První série vyluhovacích testů

Tyto vyluhovací testy se prováděly po dobu 5 časových intervalů. První den vyluhovacích testů ode dne přípravy monolitických těles je 103 den až do cca 118 dne. V těchto testech se porovnávaly koncentrace rozpuštěných látek, koncentrace chloridů a koncentrace selenu.

#### 5.1.1 Stanovení pH a vodivosti

Vždy po skončení extrakce se provedla následná filtrace a poté se vždy změřilo pH a vodivost extraktu. Jak již z **Tab. 3** můžeme vidět, že tyto hodnoty se od sebe razantně nelišily, co se týká metody rotační, vibrační s drcenými tělesy i celistvými. Metoda za pomoci míchadla má hodnoty pH podobné jako u ostatních těles, avšak hodnoty vodivosti jsou až o polovinu nižší. Toto může být důsledkem toho, že při vyluhování dochází pouze k difúzi a omývání tělesa extrakčním médiem.

Tab. 3: Stanovení pH a vodivosti

Dny tvrdnutí [den]	Metoda vyluhování							
	R		V/D		V/N		M	
	pH	$\Upsilon$ [mS/cm]	pH	$\Upsilon$ [mS/cm]	pH	$\Upsilon$ [mS/cm]	pH	$\Upsilon$ [mS/cm]
<b>103</b>	12,6	22,6	12,8	22,7	11,5	12	12,3	10
<b>109</b>	12,4	21,8	12,5	22,1	12,2	11,3	12,1	10,2
<b>111</b>	12,3	22,1	12,4	21,9	12	11,1	11,6	9,9
<b>116</b>	12,3	21,8	12,3	21,9	11,9	11,7	11,7	10,6
<b>118</b>	12,2	19,6	12,1	20,6	11,8	12,6	11,6	11,9

V Dalším zpracování naměřených hodnot bylo vyloučení odlehlých hodnot pro jednotlivou metodu. V **Tab. 4** je názorné zobrazení stanovení Grubbsova testu pro vyloučení odlehlých hodnot, které se provedlo i u všech ostatních analýz.

Tab. 4: Grubbsův test pro rotační metodu (R)

Měření	ROTAČNÍ					
	RL [mg/l]	Grubbsův test	C <sub>cl</sub> <sup>-</sup> [mg/l]	Grubbsův test	C <sub>se</sub> [mg/l]	Grubbsův test
1	11590	-	1496	-	-	-
2	11160	NEODLEHLÁ	1268	-	-	-
3	12210	-	1176	-	4,45	ODLEHLÁ
4	12360	-	1177	-	0,32	-
5	13480	-	1291	-	1,02	-
6	14890	ODLEHLÁ	1218	-	0,41	-
7	12160	-	1472	-	0,31	-
8	12490	-	1455	-	0,26	NEODLEHLÁ
9	12500	-	1461	-	1,70	-
10	13900	-	1300	-	0,40	-
11	14620	NEODLEHLÁ	1169	NEODLEHLÁ	0,38	-
12	12540	-	1565	-	0,70	-
13	12750	-	1577	NEODLEHLÁ	3,05	NEODLEHLÁ
14	12920	-	1543	-	3,90	-
15	12910	-	1534	-	2,65	-
16	12070	-	1551	-	2,60	-
∅	12780	-	1391	-	1,60	-
<b>Směr. odchylka:</b>	976,40	-	151,1	-	1,40	-

Grubbsův test:

$$T_{s,n} = \frac{x_n - \bar{x}}{s} \text{ pro testování } x_n \quad (6)$$

$$T_{s,1} = \frac{\bar{x} - x_1}{s} \text{ pro testování } x_1 \quad (7)$$

Vysvětlivky:

$\bar{x}$  = průměrná hodnota naměřených dat

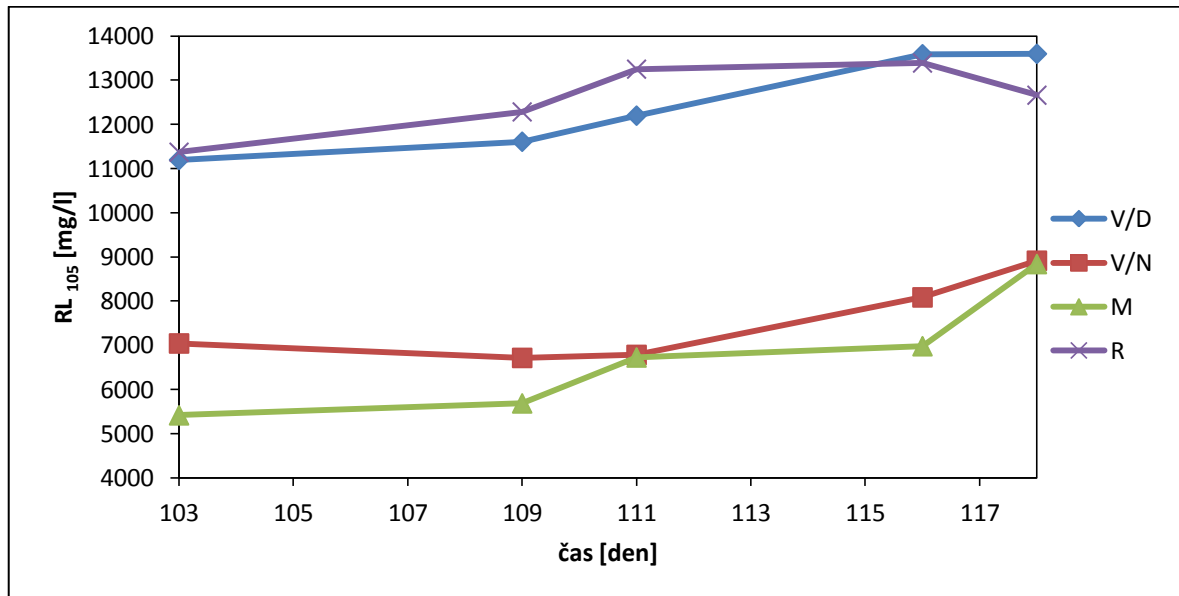
$x_n$  = nejvyšší číslo naměřených dat

$x_1$  = nejnižší číslo z naměřených dat [18]

### 5.1.2 Rozpuštěné látky

Rozpuštěné látky byly stanoveny pro každé monolitické těleso jednotlivě. Tyto hodnoty byly opět zprůměrovány pro jednotlivý den vyluhování. Z **Obr. 2** je patrné že metody drcených těles tedy rotační (R) a vibrační (V/D) jsou srovnatelné a taktéž i metody pro celistvé solidifikáty tedy vibrační metodu (V/N) a metodou míchadla (M). Tento jev může být způsoben, zda je monolitické těleso celistvé nebo drcené na drobné částičky.

Pokud je těleso rozdrveno na částice o velikosti  $\leq 4$  mm, pak koncentrace rozpuštěných látek ve výluhu bude vyšší nežli u těles celistvých. O tomto jevu se dále můžeme přesvědčit i u ostatních stanovení. Jistým faktorem zde hraje i čas tvrdnutí monolitického tělesa. S delším časem tvrdnutí těles roste množství uvolněných rozpuštěných látek v extraktu.

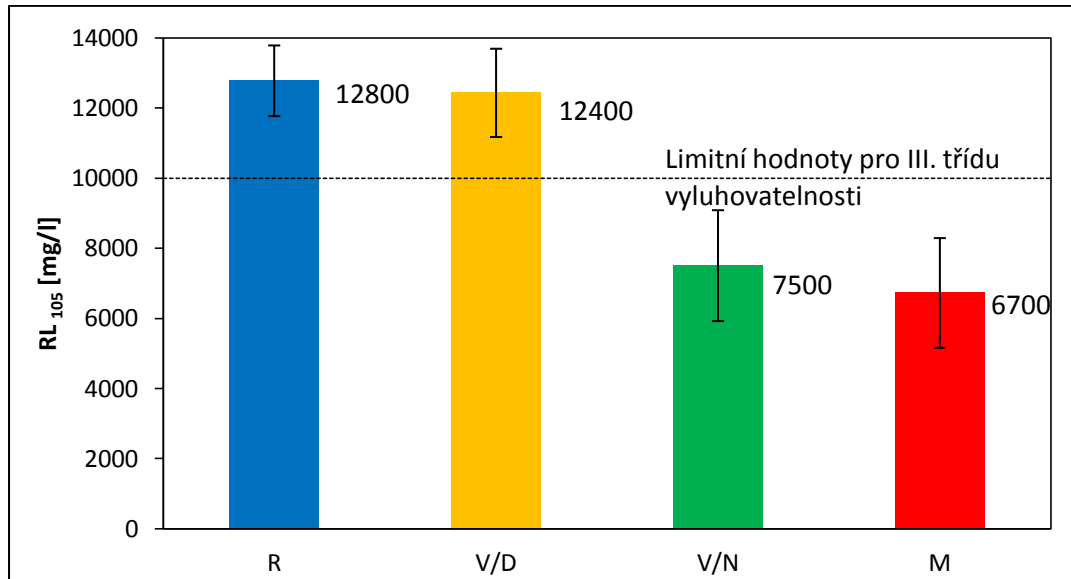


Obr. 2: Závislost  $RL_{105}$  na čase

V přílohách jsou obsaženy detailnější rozložení jednotlivých metod vyluhování, kde jsou jednotlivě vyobrazeny proložením spojnicemi trendu.

Dále se bralo v úvahu stanovení rozpuštěných látek na typu metod. Toto vyhodnocení se dále dalo porovnat pro jednotlivé metody a taktéž pro limitní hodnoty rozpuštěných látek pro odpad, který může být ukládán na skládky podle tří tříd vyluhovatelnosti. Jak je z **Obr. 3** patrné, odpad pro metodu V/D a R jsou překročeny limitní hodnoty III. třídy vyluhovatelnosti rozpuštěných látek pro uložení odpadu na skládky.





Obr. 3: Rozpuštěné látky v závislosti na metodě vyluhování

Tab. 5: Stanovení T-Testu

T-TEST			
R - V/D	t <sub>α</sub> = 2,06	t = 0,73	NEVÝZNAMNÝ
V/N - M	t <sub>α</sub> = 2,10	t = 1,11	NEVÝZNAMNÝ
R - V/D	t <sub>α</sub> = 2,06	t = 9,42	VÝZNAMNÝ
R - M	t <sub>α</sub> = 2,06	t = 10,9	VÝZNAMNÝ
V/D - V/N	t <sub>α</sub> = 2,10	t = 7,71	VÝZNAMNÝ
V/D - M	t <sub>α</sub> = 2,10	t = 8,98	VÝZNAMNÝ

Výpočet T – Testu:

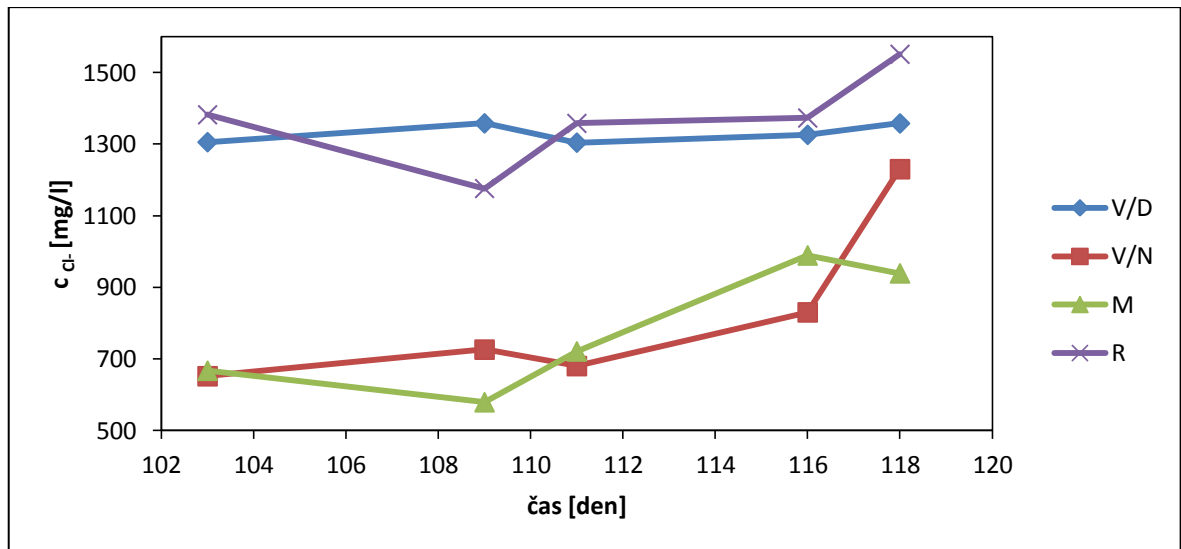
$$t = \frac{|\bar{x}_A - \bar{x}_B|/\sqrt{n-1}}{\sqrt{s_A^2 + s_B^2}} \tag{8}$$

t<sub>α</sub>: vypočítaná v programu Microsoft Office Excel funkcí =TINV(N<sub>1</sub>+N<sub>2</sub>-2), zvolený stupeň volnosti je: 0,05; pokud t > t<sub>α</sub>, pak je rozdíl výsledků statisticky významný [18]

Z **Tab. 5** tedy vyplývá, že z metody rotační a vibrační pro drcený odpad a taktěž metody vibrační pro nedrcený odpad s metodou míchadlem získáváme výsledky, mezi nimiž není statisticky významný rozdíl. Rozdíly mezi výsledky všech ostatních dvojic metod jsou však statisticky významné.

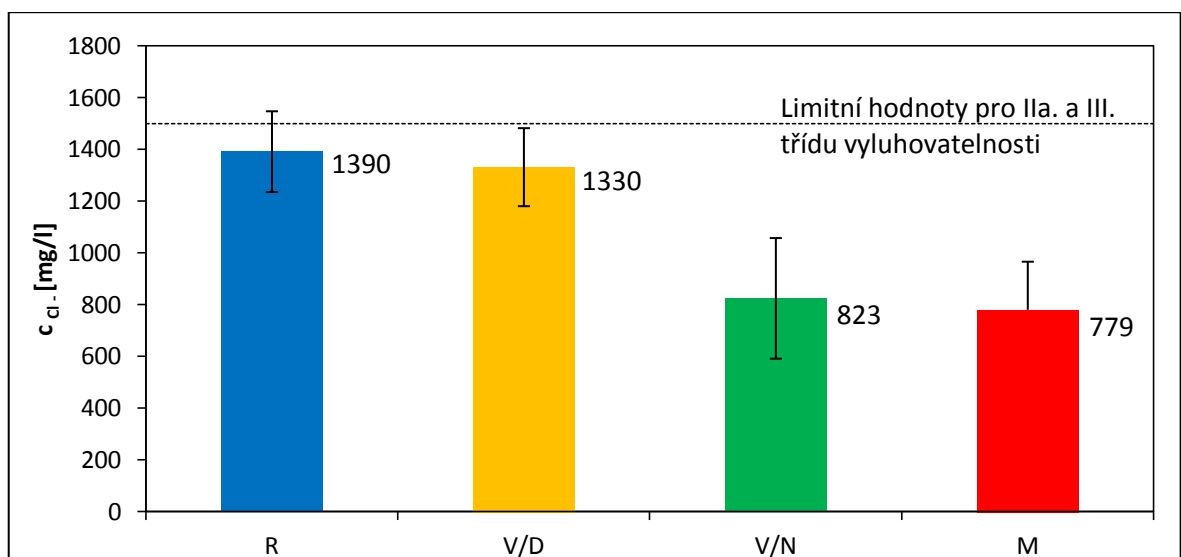
### 5.1.3 Stanovení koncentrace chloridů

Stanovení chloridů se pohybovalo v oblasti od 570 mg/l až 1550 mg/l v závislosti na použité metodě. Opět můžeme vidět podobnost chloridů u metody V/D a R. Z **Obr. 4** je vidět vysoký nárůst chloridů u metody vibrační pro nedrcené těleso, taktéž i pro metodu míchadel. Toto může být zapříčiněno již zmíněným tvrdnutím, ale i mechanickým narušením těles. V přílohách naleznete separaci jednotlivých metod a použití spojnic trendu.



Obr. 4: Závislost koncentrace chloridů na čase

Stanovení chloridů v závislosti na metodě vyluhování je vidět na **Obr. 5**. Zde je patrné, že nedošlo k překročení limitních hodnot pro třídy IIa a III vyluhování.



Obr. 5: Závislost koncentrace chloridů na metodě vyluhování

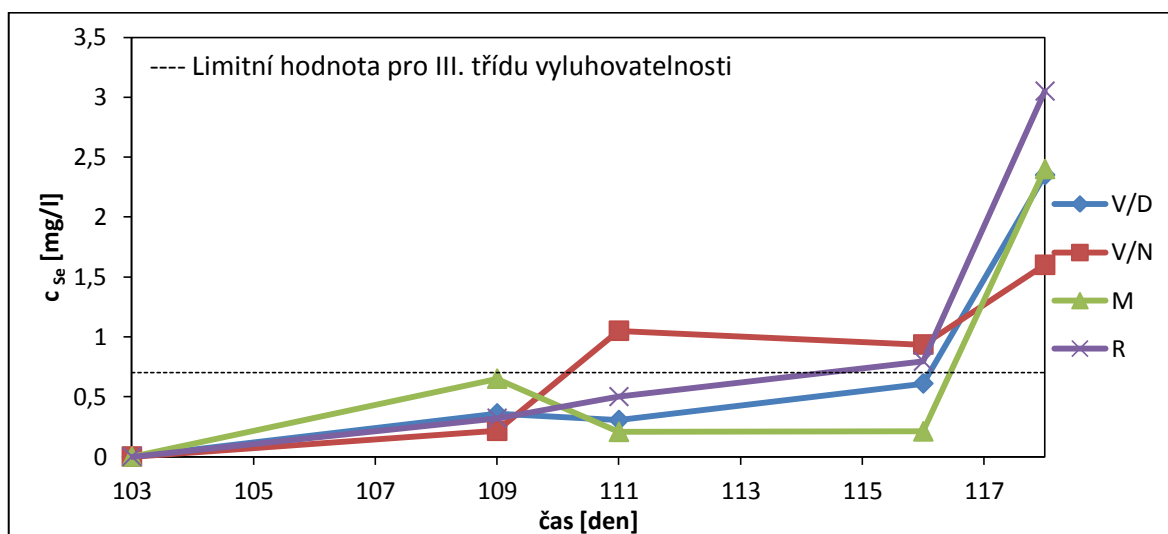
Tab. 6: Stanovení T-Testu

T-TEST			
R - V/D	$t_{\alpha} = 2,06$	$t = 0,98$	NEVÝZNAMNÝ
V/N - M	$t_{\alpha} = 2,10$	$t = 0,47$	NEVÝZNAMNÝ
R - V/N	$t_{\alpha} = 2,06$	$t = 6,80$	VÝZNAMNÝ
R - M	$t_{\alpha} = 2,06$	$t = 8,68$	VÝZNAMNÝ
V/D - V/N	$t_{\alpha} = 2,10$	$t = 5,77$	VÝZNAMNÝ
V/D - M	$t_{\alpha} = 2,10$	$t = 7,29$	VÝZNAMNÝ

Z Tab. 6 plyne, že metody R – V/D a V/N – M jsou jediné, mezi nimiž jsou rozdíly statisticky nevýznamné, tj. dávají prakticky stejné výsledky.

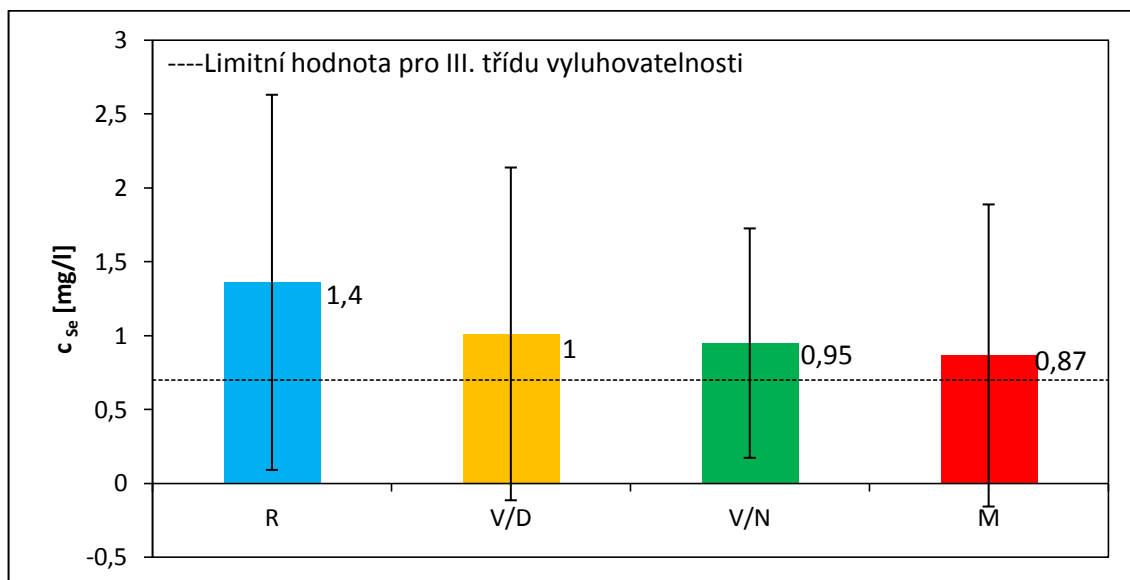
#### 5.1.4 Stanovení koncentrace selenu

Selen se stanovil jednotlivě u každého extraktu pomocí AAS. Z Obr. 6 je viditelný prudký nárůst koncentrací uvolněného selenu v závislosti na čase vyluhování. Tento nárůst koncentrace je natolik vysoký, že dochází k překročení limitu uložení odpadu na skládku pro III. třídu vyluhovatelnosti.



Obr. 6: Závislost koncentrace selenu na čase

Z Obr. 7 jsou viditelné velmi blízké koncentrace selenu v závislosti na metodě vyluhování. Koncentrace selenu u monolitických těles a drcených těles překračuje limitní hodnotu pro III. třídu vyluhovatelnosti.



Obr. 7: Stanovení koncentrace selenu v závislosti na metodě vyluhování

Tab. 7: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>R - V/D</b>	$t_{\alpha} = 2,09$	$t = 0,66$	NEVÝZNAMNÝ
<b>V/N - M</b>	$t_{\alpha} = 2,14$	$t = 0,18$	NEVÝZNAMNÝ
<b>R - V/N</b>	$t_{\alpha} = 2,09$	$t = 0,92$	NEVÝZNAMNÝ
<b>R - M</b>	$t_{\alpha} = 2,09$	$t = 0,98$	NEVÝZNAMNÝ
<b>V/D - V/N</b>	$t_{\alpha} = 2,14$	$t = 0,13$	NEVÝZNAMNÝ
<b>V/D - M</b>	$t_{\alpha} = 2,14$	$t = 0,27$	NEVÝZNAMNÝ

Z Tab. 7 je stanoven T-Test pro koncentrace selenu na metodě vyluhování přičemž je zjištěno, že rozdíly mezi výsledky u všech metod jsou statisticky nevýznamné. Je to způsobeno zejména velkou hodnotou směrodatné odchylky, která je u všech metod vyluhování

srovnatelná se střední hodnotou měřené veličiny. Příčinou je pravděpodobně postupné zhoršování fixace selenu v solidifikovaném odpadu, jak lze pozorovat na časové závislosti na **Obr. 6**. Tento jev znemožnil konfrontaci testovaných metod vyluhování z hlediska koncentrací selenu.

## 5.2 Druhá série vyluhovacích testů

Vyluhovací testy byly prováděny pro 17 monolitických těles. Tělesa byla chemicky ošetřena nátěrem ETERNAL popsáným v kapitole č. 4.3.2.1. Mezi zvolenými metodami vyluhování je metoda vibrační a metoda míchadla. Míchadla jsou označována jako modré (M-M) typu MM-4 roku výroby 2002 a šedé (M-Š) typu MM2 A roku výroby 1980. Monolitická tělesa se nijak mechanicky neupravovala, nedocházelo tedy k úpravě těles, jako je například již zmíněné testování drcených těles.

### 5.2.1 Stanovení pH a vodivosti

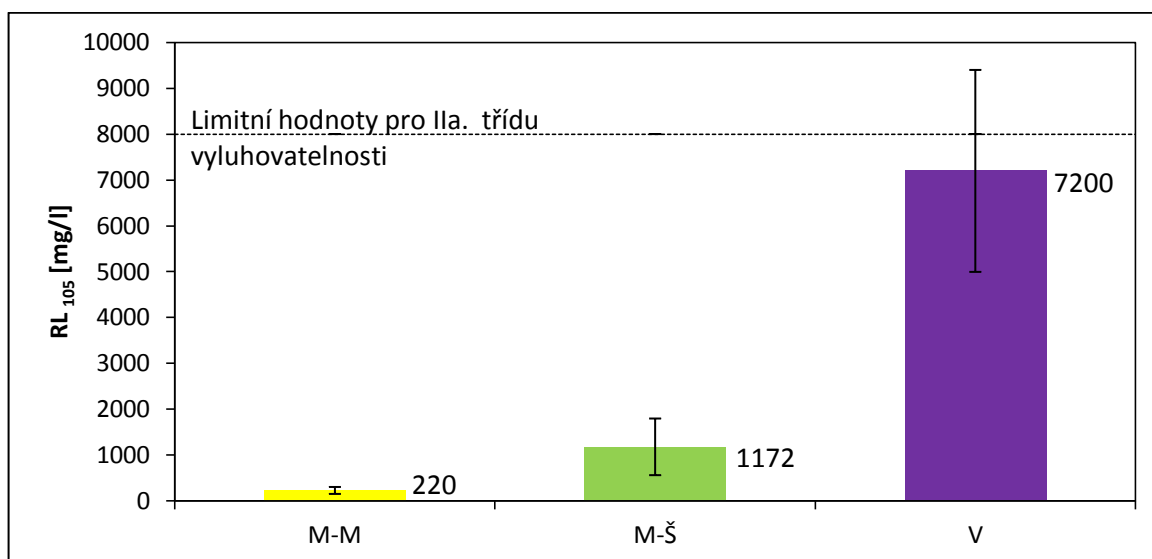
Stanovení pH a vodivosti u těles ošetřených akrylátovou barvou. Z **Tab. 8** jsou patrné výkyvy pH a vodivosti. Tento jev může být způsobný narušením vrstvy nátěru na jednotlivém solidifikovaném tělesu. Narušení nátěru může být způsobeno jak při zacházení s tělesy před extrakcí, nebo nátěr může být narušen nárazy těles o stěny vyluhovacích nádob, která jsou uložena a vyluhována na vibrační třepačce. I přes toto narušení povrchu nátěru, které má vliv na vyluhování látek při extrakci se vodivost snížila a pohybuje v řádu  $\mu\text{S/cm}$ .

Tab. 8: Stanovení pH a vodivosti

	Akrylátová barva					
	M-Š		M-M		V	
	pH	$\Upsilon$ [ $\mu\text{S/cm}$ ]	pH	$\Upsilon$ [ $\mu\text{S/cm}$ ]	pH	$\Upsilon$ [ $\text{mS/cm}$ ]
1	10,9	2776	8,8	443	11,9	11,7
2	10,1	2413	8,7	282	11,8	11,7
3	9	1475	8,7	1600	11,8	9,70
4	8	516	8,1	194	11,8	12,9
5	10,2	1764	8,2	302	11,3	4,88
6					11,8	10,0
7					11,5	4,84
$\emptyset$	9,64	1789	8,5	565	11,7	9,39
<b>Grubbsův test – ODLEHLÁ</b>						

### 5.2.2 Rozpuštěné látky

Rozpuštěné látky u tohoto typu výluhu jsou vidět z **Obr. 8**. Po extrakci a následné analýze se zjistila nízká koncentrace rozpuštěných látek u metody M-M, při níž nedošlo k překročení žádných limitních hodnot uložení odpadu na skládku. Naopak vysoká koncentrace byla u V metody vyluhování. Při této metodě vyluhování došlo ke zvýšení koncentrace rozpuštěných látek, které však nepřesáhlo IIa. třídu vyluhovatelnosti, což je 8000 mg/l. Rozpuštěné látky u metody M-Š jsou 5 x vyšší než u metody modrého míchadla. Tento jev může být způsobený opět narušením vrstvy nátěru.



Obr. 8: Rozpuštěné látky v závislosti na metodě vyluhování

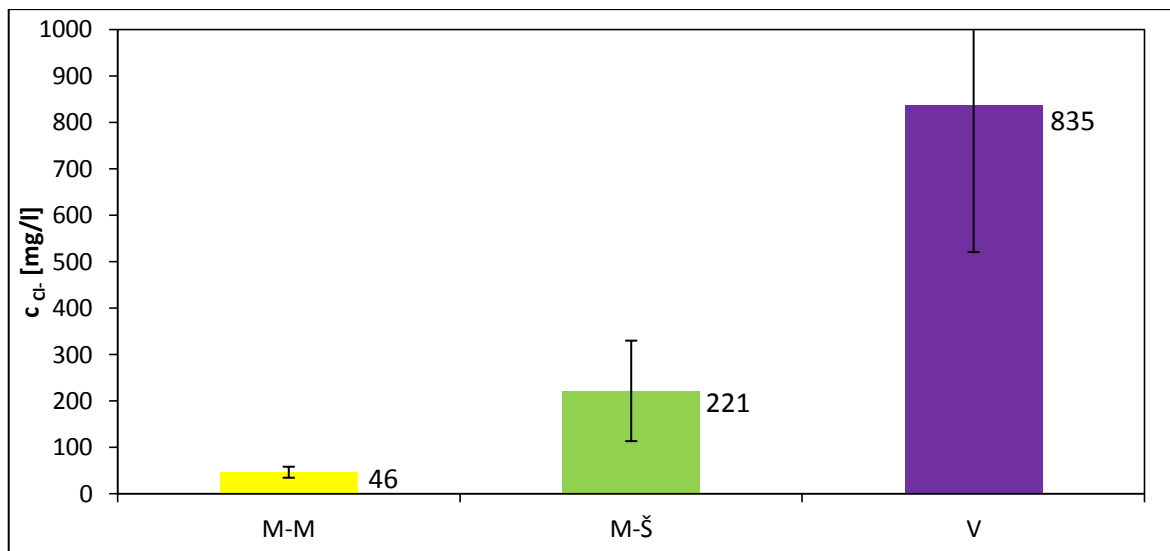
Tab. 9.: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 3,41$	VÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 7,74$	VÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,26$	$t = 6,40$	VÝZNAMNÝ

Pomocí T-Testu vyobrazeného v **Tab. 9** byla porovnána koncentrace rozpuštěných látek u všech metod mezi sebou a bylo zjištěno, že jsou mezi nimi statisticky významné rozdíly, což je patrné z **Obr. 8**, kde jsou vidět různé koncentrace rozpuštěných látek u každé metody vyluhování.

### 5.2.3 Stanovení koncentrace chloridů

Stanovení koncentrace chloridů u těchto monolitických těles vyšlo pozitivně. Opět u metody M-M, M-Š a V nedošlo k překročení limitních hodnot pro IIa. třídu vyluhovatelnosti patrné z **Obr. 9**, limit pro IIa. třídu vyluhovatelnosti u chloridů je 1500 mg/l. Opět zde jde vidět až pětinasobný rozdíl koncentrací mezi metodou M-M a M-Š jako tomu je i u rozpuštěných látek.



Obr. 9: Koncentrace chloridů v závislosti na metodě vyluhování

Tab. 10: Stanovení T-Testu

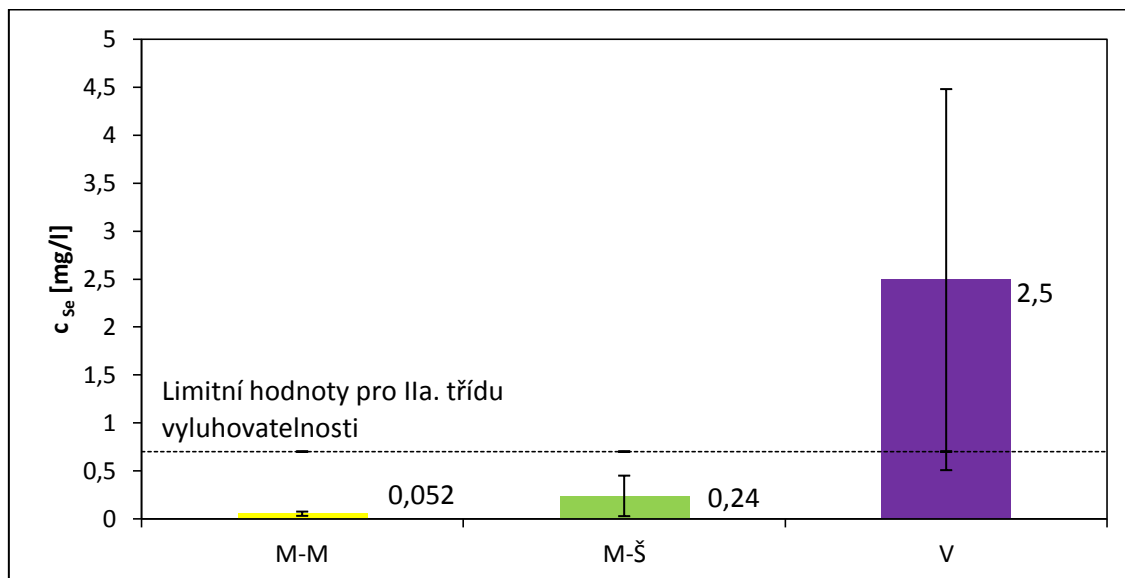
T-TEST			
M-M - M-Š	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 3,59$	VÝZNAMNÝ
M-M - V	$t_{\alpha} = 2,26$	$t = 6,62$	VÝZNAMNÝ
M-Š - V	$t_{\alpha} = 2,22$	$t = 4,78$	VÝZNAMNÝ

Pomocí T-Testu pro koncentrace chloridů je patrné z **Tab. 10**, že při porovnání jednotlivých metod M-M, M-Š a V mezi sebou jsou získány statisticky významné rozdíly. Takto získané hodnoty opět nejsou překvapující při pohledu na **Obr. 9**, kde je viditelný rozdíl koncentrací chloridů u každé jednotlivé metody vyluhování.

### 5.2.4 Stanovení koncentrace selenu

Analyzované koncentrace selenu za pomoci AAS na **Obr. 10** vyšly pozitivně pro metodu vyluhování M-M a M-Š. Při těchto extrakcích nedošlo k překročení limitu pro IIa.

třídu vyluhovatelnosti, což je omezeno do 0,7 mg/l. Alarmující koncentrace selenu jsou u metody V, kde koncentrace selenu dosahuje 2,5 mg/l.



Obr. 10: Stanovení koncentrace selenu v závislosti na metodě vyluhování

Tab. 11: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,45$	$t = 1,75$	VÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,26$	$t = 3,25$	VÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,26$	$t = 2,97$	VÝZNAMNÝ

T-Test pro jednotlivé metody vyluhování pro koncentraci selenu je vyobrazen v **Tab. 11**. Bylo zjištěno, že jednotlivé hodnoty T-Testu u zvolených metod vyluhování jsou taktéž statisticky významné stejně, jako tomu bylo i u koncentrace rozpuštěných látek a koncentrace chloridů.

### 5.3 Třetí série vyluhovacích testů

Třetí sérií vyluhovacích testů jsou solidifikovaná tělesa ošetřena nátěrem č. 2., tedy methylsilikonovou pryskyřicí popsanou v kapitole č. 4.3.2.2. Takto ošetřená tělesa byla taktéž vyluhována metodami: M-M, M-Š a V.



### 5.3.1 Stanovení pH a vodivosti

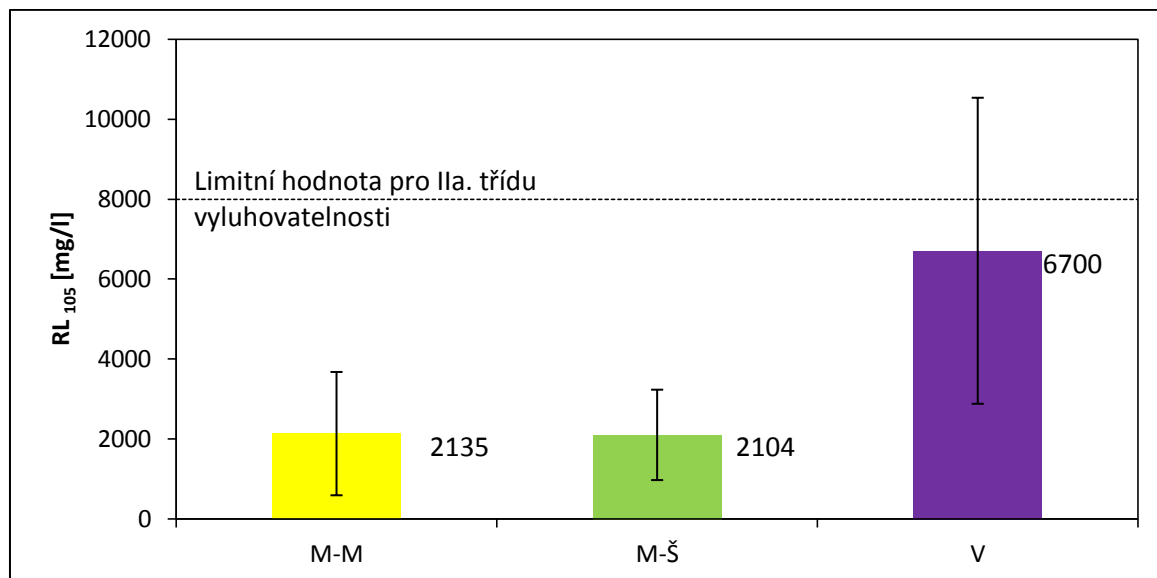
Z **Tab. 12** jsou patrné výkyvy pH a vodivosti u jednotlivých metod. Taktéž se provedl Grubbsův test pro vyloučení odlehlých hodnot, a tím se vyloučily hodnoty, které by mohly zkreslit výsledky. Při pohledu na tabulku je patrné, že se hodnota pH pohybuje u všech tří metod v rozmezí 9-12. Vodivost je taktéž rozdílná u individuálního vyluhu, po zprůměrování těchto dat se u metody M-M a M-Š pohybuje kolem 3  $\mu\text{S/cm}$ . Průměrná vodivost u metody V se pohybuje 9  $\text{mS/cm}$ .

Tab. 12: Stanovení pH a vodivosti

	Methylsilikonová pryskyřice					
	M-M		M-Š		V	
	pH	$\Upsilon$ [ $\mu\text{S/cm}$ ]	pH	$\Upsilon$ [ $\mu\text{S/cm}$ ]	pH	$\Upsilon$ [ $\text{mS/cm}$ ]
1	11,1	4,9	11,1	3,8	12,1	15,6
2	11,0	5,4	11,2	4,2	11,9	12,9
3	9,8	1,4	8,90	0,5	11,1	4,03
4	8,1	1,2	10,1	1,8	12,0	10,5
5	9,6	1,3	10,8	5,4	11,6	7
6					11,2	3,9
Ø	9,9	2,8	10,4	3,1	11,7	9
<b>Grubbsův test – ODLEHLÁ</b>						

### 5.3.2 Rozpuštěné látky

Rozpuštěné látky u nátěru methylsilikonové pryskyřice vyobrazuje **Obr. 11**. Stanovené rozpuštěné látky u metody M-M a M-Š nejsou nijak velice rozdílné, jako bylo u případu, kdy byl použit nátěr č. 1. U těchto dvou jmenovaných metod nedochází k překročení limitu pro IIa. třídu vyluhovatelnosti, taktéž jako u metody V.



Obr. 11: Stanovení rozpuštěných látek na metodě vyluhování

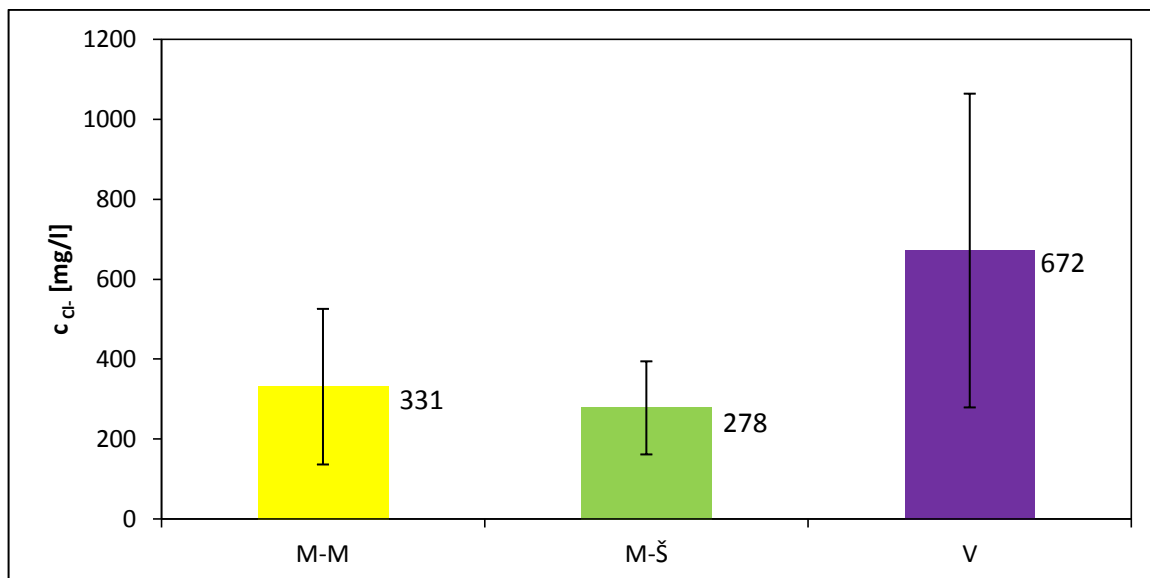
Tab. 13: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,45$	$t = 0,03$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 2,62$	VÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 2,77$	VÝZNAMNÝ

Stanovení T-Testu je vyobrazeno v **Tab. 13**. Z tohoto stanovení vyplývá, že při kombinaci metod M-M – M-Š jsou výsledky podobné, tj. jsou rozdíly statisticky nevýznamné. Porovnáním metod M-M – V a metod M-Š – V jsou rozdíly podle T-Testu statisticky významné. Tato statistická významnost neboli rozdílnost koncentrací rozpuštěných látek je patrná na **Obr. 11**.

### 5.3.3 Stanovení koncentrace chloridů

Koncentrace chloridů u těchto monolitických těles je zaznamenána v **Obr. 12**. Z něj je viditelná podobnost koncentrace chloridů u metody M-M a M-Š, jako tomu bylo u stanovení rozpuštěných látek. Koncentrace chloridů u metody V je dvojnásobně vyšší oproti ostatním dvěma metodám. Koncentrace u všech tří stanovených metod opět nepřesahují limitní hodnoty pro IIa. a III. třídu vyluhovatelnosti.



Obr. 12: Stanovení koncentrace chloridů v závislosti na metodě vyluhování

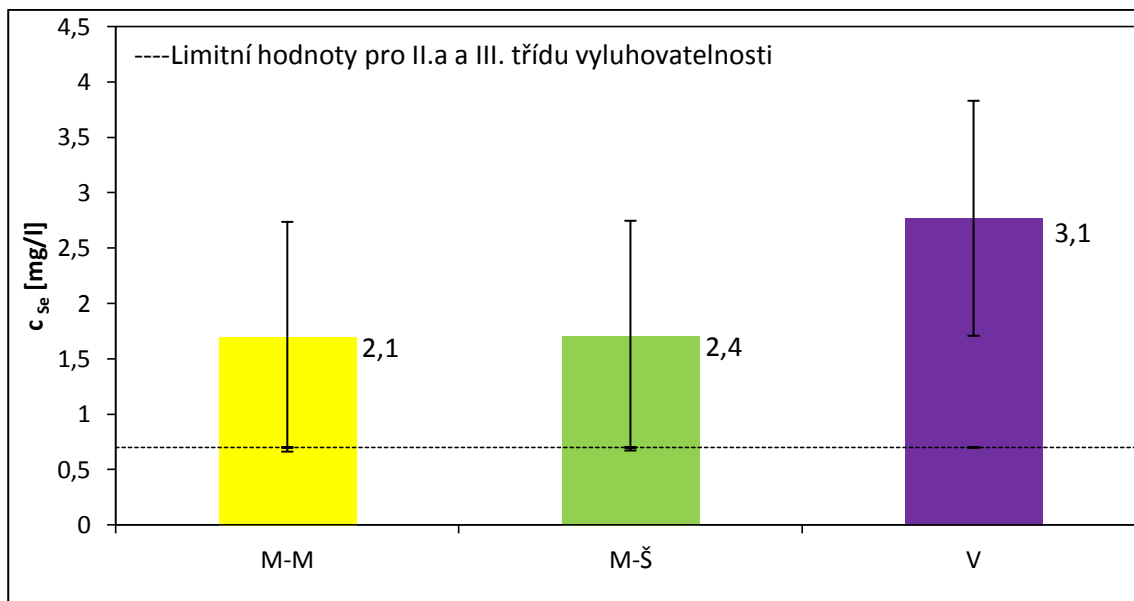
Tab. 14: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,45$	$t = 0,47$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 1,81$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 2,32$	VÝZNAMNÝ

Pomocí T-Testu z **Tab. 14** pro stanovení koncentrace chloridů u metod vyluhování M-M – M-Š a metod M-M – V byly získány statisticky nevýznamné rozdíly. Rozdíly mezi výsledkem metod M-Š – V jsou však statisticky významné.

### 5.3.4 Stanovení koncentrace selenu

Stanovení koncentrace selenu nátěrem č. 2 odpovídá **Obr. 13**. Opět i u tohoto nátěru dochází k překročení limitních hodnot koncentrace selenu pro IIa. a III. třídu vyluhovatelnosti. Hodnoty pro IIa. a III. třídu vyluhovatelnosti jsou 0,7 mg/l. Limitní koncentrace je u naměřených extraktů překročena více jak trojnásobně.



Obr. 13: Stanovení koncentrace selenu na metodě vyluhování

Tab. 15: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 0,01$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 1,58$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,26$	$t = 1,67$	NEVÝZNAMNÝ

Stanovení T-Testu v **Tab. 15** pro všechny uvedené dvojice metod vyluhování jsou rozdíly statisticky nevýznamné.

## 5.4 Čtvrtá série vyluhovacích testů

Monolitická tělesa extrahována čtvrtou sérií vyluhovacích testů, jsou ošetřena nátěrem č. 3 definována v kapitole č. 4.3.2.3. Kombinace těchto dvou nátěrů se jeví jako vhodná volba pro experimentální stanovení výluhu. Kombinace těchto nátěrů byla aplikována na 16 monolitických těles. Monolitická tělesa byla extrahována stejnými způsoby jako u druhé a třetí série vyluhovacích testů.

### 5.4.1 Stanovení pH a vodivosti

Analýzou pH a vodivosti u monolitických těles s nátěrem č. 3 byl proveden Grubbsův test k vyloučení odlehlých hodnot. U jednotlivých extraktů je viditelné pH z **Tab. 16**

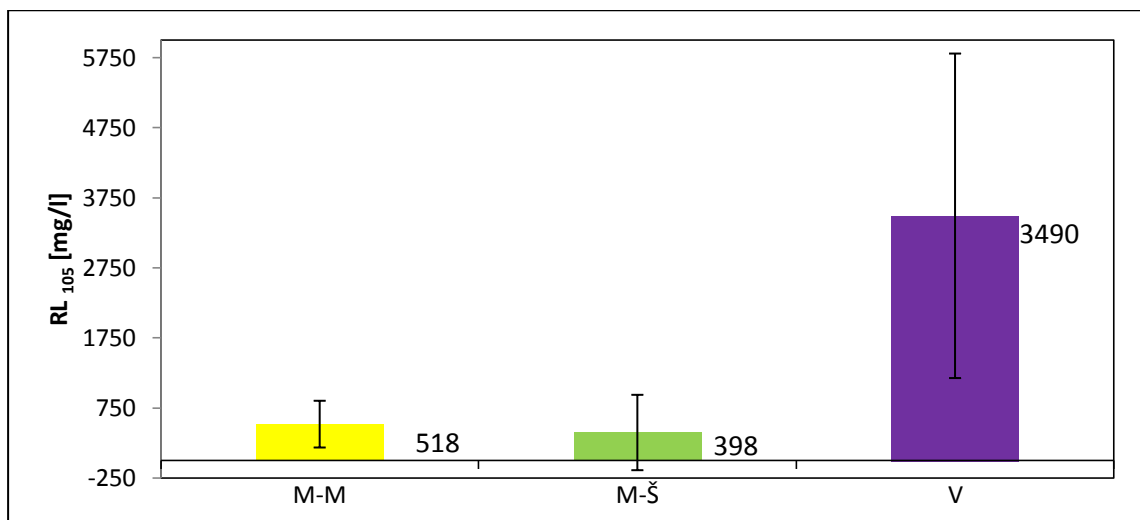
pohybující se v oblasti 9 u metod M-M a M-Š. Vodivost se však v těch metodách na dvou rozdílných míchadlech liší. U metody V je pH vyšší, vodivost se v tomto případě pohybuje v mS/cm.

Tab. 16: Stanovení pH a vodivosti

	Metoda vyluhování					
	M-M		M-Š		V	
	pH	$\Upsilon$ [ $\mu$ S/cm]	pH	$\Upsilon$ [ $\mu$ S/cm]	pH	$\Upsilon$ [mS/cm]
1	9,8	1510	8,9	476	11,9	13,8
2	8,4	703	7,8	49,1	11,7	10,2
3	7,3	55	9,7	2020	10,4	4,6
4	10,3	2100	7,5	246	11,6	4,4
5	9,4	855	8,6	92,4	11,8	6,7
6					11,7	4,2
Ø	9,0	1040	8,5	577	11,5	7,5
<b>Grubbsův test – ODLEHLÁ</b>						

#### 5.4.2 Rozpuštěné látky

Stanovené rozpuštěné látky u čtvrté série vyluhovacích testů jsou viditelné na **Obr. 14**. Metoda V má oproti metodám míchadel až 7 krát vyšší koncentraci rozpuštěných látek, avšak nedochází k překročení IIa. třídy vyluhovatelnosti ani u jedné z uvedených metod.



Obr. 14: Rozpuštěné látky v závislosti na metodě vyluhování

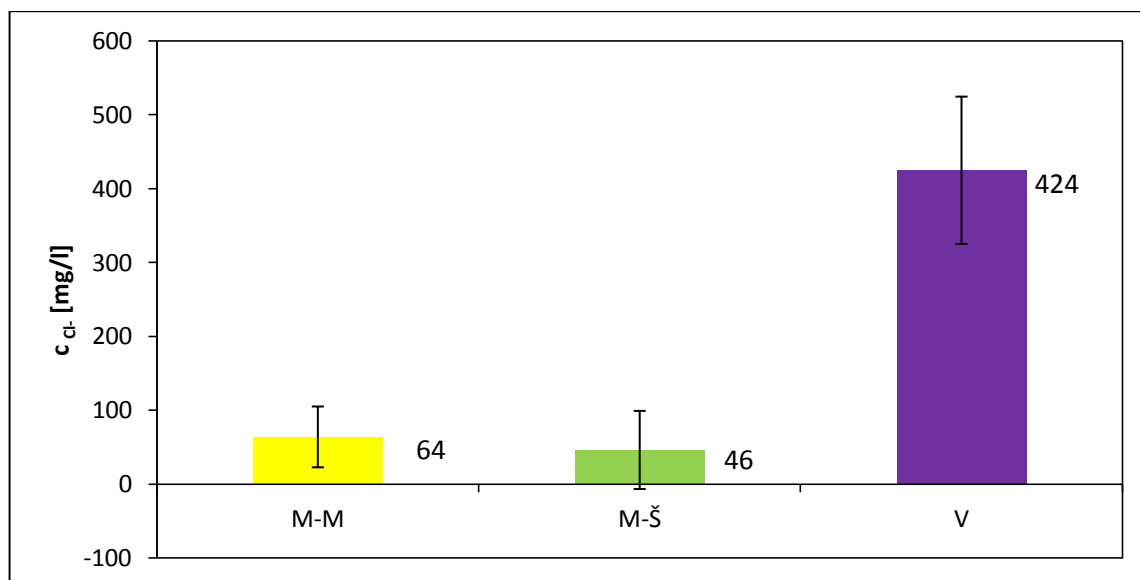
Tab. 17: Stanovení T-Testu

T-TEST			
M-M - M-Š	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 0,41$	NEVÝZNAMNÝ
M-M - V	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 2,83$	VÝZNAMNÝ
M-Š - V	$t_{\alpha} = 2,91$	$t = 2,92$	VÝZNAMNÝ

Stanovením T-Testu je patrné z **Tab. 17** pro koncentraci rozpuštěných látek. Zde je zjištěno, že porovnáním metod M-M – M-Š získáváme statisticky nevýznamné rozdíly. Rozdíly mezi výsledky dalších dvou dvojic metod jsou statisticky významné a jsou patrné při pohledu na **Obr. 14**.

#### 5.4.3 Stanovení koncentrace chloridů

Z **Obr. 15** je patrné že metoda vibrační dosahuje opět vyšších koncentrací chloridů, jako tomu bylo i u rozpuštěných látek. Tyto metody však nepřesahují IIa. a III. třídu vyluhovatelnosti pro které jsou limitní hodnoty 1500 mg/l a 2500 mg/l.



Obr. 15: Stanovení koncentrace chloridů na metodě vyluhování

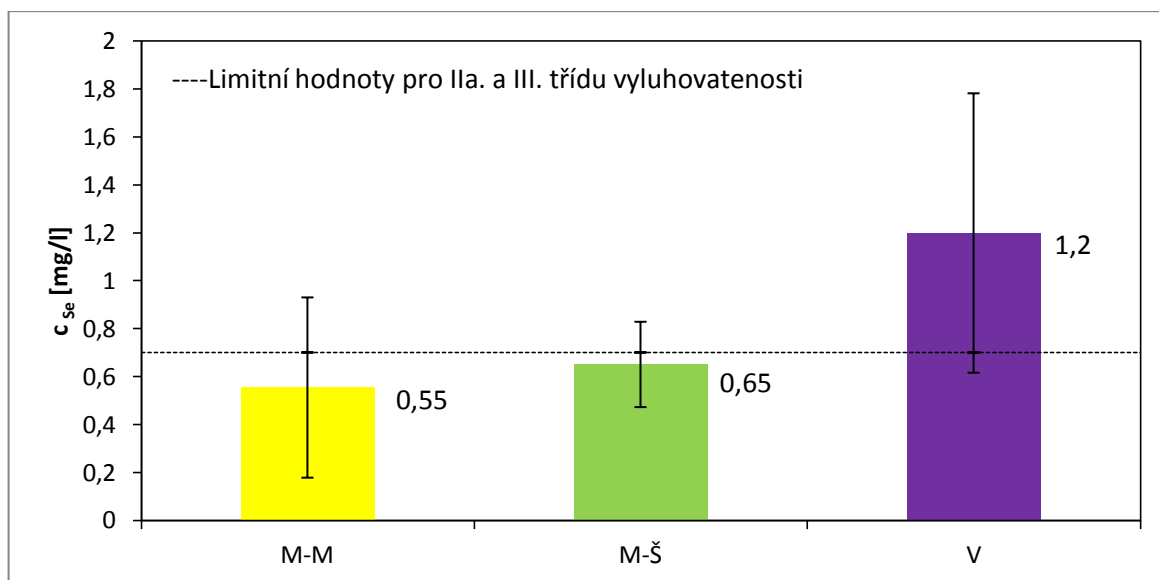
Tab. 18: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 0,56$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 7,35$	VÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 7,50$	VÝZNAMNÝ

Stanovením T-Testu pro koncentraci chloridů je patrné v **Tab. 18**, z které vyplývá, že pro metody M-M – M-Š získáváme výsledky, mezi nimiž jsou statisticky nevýznamné rozdíly. U zbylých dvou dvojic metod vyluhování získáváme statisticky významné rozdíly.

#### 5.4.4 Stanovení koncentrace selenu

Koncentrace selenu u kombinace obou již zmíněných a aplikovaných nátěrů na předchozích monolitických tělesech jde vidět na **Obr. 16**. Koncentrace selenu u metody M-M a M-Š nebyly natolik vysoké, aby překročily IIa. a III. třídu vyluhovatelnosti. Metodou V došlo k překročení limitů pro zmíněné třídy vyluhovatelnosti, avšak došlo alespoň k omezení vyloučeného selenu do extraktu ve srovnání s předchozími nátěry.



Obr. 16: Stanovení koncentrace na metodě  
vyluhování

Tab. 19: Stanovení T-Testu

T-TEST			
<b>M-M - M-Š</b>	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 0,51$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-M - V</b>	$t_{\alpha} = 2,31$	$t = 2,08$	NEVÝZNAMNÝ
<b>M-Š - V</b>	$t_{\alpha} = 2,36$	$t = 1,99$	NEVÝZNAMNÝ

Stanovením T-Testu pro koncentraci selenu vyobrazené v **Tab. 19** získáváme u všech dvojic metod statisticky nevýznamné rozdíly.

### 5.5 Další zkoušená měření

Zvolená metoda vyluhování, která je předepsaná vyhláškou 294/2005 Sb. použita při prvotním vyluhovacím testu byla zavržena z důvodu rizika rozbití skleněné láhve. Dalším z rizik bylo rozbíjení zkušebních těles.

Stanovením, které zde není zmíněno, bylo stanovení koncentrace síranů ve vyluzích. Koncentrace síranů, byla stanovena různými metodami, jako je například:

- Stanovení dusičnanem olovnatým na indikátor dithizon,
- Titrace extraktu s etanolem, titrací 0,05M BaCl<sub>2</sub> za pomoci indikátoru Alizarin S a HCl (1:10)
- Stanovení síranů gravimetrickou metodou

Žádná z aplikovaných metod nebyly zařazeny do výsledků způsobené nepřesnými výsledky. Stanovení síranů se nejdříve provádělo na standardní roztok síranu sodného, které vycházelo bez problémů, avšak aplikací těchto metod na vyluhy bylo neúspěšné. To může být způsobeno interferencí s ostatními látkami obsaženými v extraktech.



## ZÁVĚR

Cílem mé bakalářské práce bylo porovnat výsledky alternativních vyluhovacích testů jak z hlediska množství vyluhovaných polutantů, tak především z hlediska reprodukovatelnosti výsledků. Pro tyto vyluhovací testy byl zvolen jen jeden druh odpadu, který byl následně analyzován. Mezi zvolené metody vyluhování patří metoda na vibrační třepače, rotační třepače a metodou dvou druhů míchadel.

Z experimentu vyplývá, že vyluhovací testy pro drcený odpad na vibrační a rotační třepače je srovnatelný. Zvážením možností, kdy u metody rotační jak už drceného odpadu tak i monolitického odpadu hrozí riziko rozbití lahví nebo ztráta extrakčního média, lze tedy konstatovat, že pro drcený odpad jsou vhodnější vyluhovací testy na vibrační třepače. Srovnatelné výsledky jsou taktéž u metody vibrační a metody míchadla pro celistvá monolitická tělesa.

Rozdílné hodnoty jsou dosaženy pro použití stejné metody vyluhování, avšak rozdíl je v použití celistvého monolitického tělesa a drceného monolitického tělesa. Kdy se potvrdilo, že došlo k uvolnění vyšších koncentrací chloridů, selenu a rozpuštěných látek u drceného odpadu ve srovnání s odpadem monolitickým.

Monolitické tělesa, které jsou ošetřeny chemickými nátěry a vyluhovány vibrační metodou dochází k silným nárazům při vibračním pohybu a může docházet k narušení vrstvy, což nemusí dobře reprezentovat reálné uložení solidifikovaného odpadu na skládce. Takto zvolenou metodou vyluhování dochází k vystavení solidifikovaného odpadu extrémním podmínkám, které by se na skládkách za normálních podmínek odehrávat neměla.

Použitím míchadel s různým výkonem míchání dávají podobné výsledky koncentrací u použití nátěru methylsilikonové pryskyřice a kombinací obou zvolených nátěrů. Rozdílná jsou u monolitických těles, která jsou ošetřena akrylátovou barvou. Tento jev může být ovlivněn kvalitou nátěru, nebo mohlo dojít k narušení vrstvy nátěru.

Z naměřených dat výluhů pro solidifikovaný odpad lze konstatovat, že za pomoci nátěru č. 3, tedy kombinací akrylátové barvy a methylsilikonové pryskyřice dochází k částečnému snížení koncentrace rozpuštěných látek, koncentrace chloridů a koncentrace selenu ve výluhu.

Dalším ze získaných informací je vliv vzrůstu koncentrace selenu po vyjmutí solidifikovaného odpadu z plastových forem, kdy byly ponechány na vzduchu v závislosti na čase. Čím déle jsou solidifikovaná tělesa ponechána na vzduchu, tím koncentrace selenu v extraktu vzrůstala.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] STABILIZACE/SOLIDIFIKACE ODPADY OBSAHUJÍCÍCH TĚŽKÉ KOVY. Chemické listy. [online]. 11.2.2015 [cit. 2015-02-11]. Dostupné z:<http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/archiv/2001/07-PDF/400-403.PDF>
- [2] Vyhláška č. 294/2005 Sb. [online]. [cit.2013-2-8]. Dostupné na: <http://portal.gov.cz/app/zakony/zakonPar.jsp?page=0&idBiblio=60288&fulltext=&nr=294~2F2005&part=&name=&rpp=15#local-content>
- [3] Solidifikace, stabilizace odpadů. Marius Pedersen [online]. [cit. 2015-04-14]. Dostupné z:<http://www.mariuspedersen.cz/cs/o-marius-pedersen/sluzby/15.shtml>
- [4] HLAVATÁ, Miluše. Odpadové hospodářství. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2004, 172 s. ISBN 8024807378.
- [5] CHEMICKÁ STABILIZACE NEBEZPEČNÝCH SLOŽEK V PRŮMYSLOVÝCH ODPADECH. Chemické listy. [online]. 7.9.1998 [cit. 1998-09-07]. Dostupné z:[http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/1998\\_10\\_789-793.pdf](http://www.chemicke-listy.cz/docs/full/1998_10_789-793.pdf)
- [6] KURAŠ, Mečislav. Odpady a jejich zpracování. Vodní zdroje Ekomonitor, 2014. ISBN 978-80-86832-80-7.
- [7] ANORGANICKÁ POJIVA: Institut geologického inženýrství Hornicko-geologická fakulta. [online].[cit.2015-05-02].Dostupné z: [http://geologie.vsb.cz/loziska/suroviny/anorganicka\\_pojiva.html#vzdvapno](http://geologie.vsb.cz/loziska/suroviny/anorganicka_pojiva.html#vzdvapno)
- [8] KIZLINK, Juraj. Nakládání s odpady. Vyd. 1. Brno: VUT FCH, 2007, 283 s. ISBN 978-80-214-3348-9.
- [9] SLOBODIAN, Petr. Nakládání s odpady. Vyd. 1. Zlín: Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2013, 192 s. ISBN 978-80-7454-252-7
- [10] Zákon č. 185/2001 Sb. [online]. [cit.2015-2-8]. Dostupné na: [http://www.mzp.cz/www/platnalegislativa.nsf/d79c09c54250df0dc1256e8900296e32/8FC3E5C15334AB9DC125727B00339581/\\$file/Z\\_185\\_2001.pdf](http://www.mzp.cz/www/platnalegislativa.nsf/d79c09c54250df0dc1256e8900296e32/8FC3E5C15334AB9DC125727B00339581/$file/Z_185_2001.pdf)
- [11] MARŠÁLEK, B. a E. MARŠÁLKOVÁ. SROVNÁNÍ METOD PRO VYLUHOVÁNÍ SOLIDIFIKOVANÝCH ODPADŮ. [online]. [cit. 2015-05-02]. Dostupné z: [http://is.muni.cz/el/1431/jaro2012/Bi5620/um/EM\\_predupravaVzorku.pdf](http://is.muni.cz/el/1431/jaro2012/Bi5620/um/EM_predupravaVzorku.pdf)

- [12] SLOOT, H, L HEASMAN a Ph QUEVAUVILLER. 1997. Harmonization of leaching/extraction tests. New York: Elsevier, 281 p. ISBN 04-448-2808-7.
- [13] Normy ČSN [online]. Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví [cit. 2015-05-18]. Dostupné z: <https://csnonline.unmz.cz/tni.aspx>
- [14] Zákony pro lidi [online]. 2015 [cit. 2015-05-18]. Dostupné z: <http://www.zakonyprolidi.cz>
- [15] Characterizing Waste. [online]. [cit. 2015-05-02]. Dostupné z: <http://www.epa.gov/waste/nonhaz/industrial/guide/pdf/chap2.pdf>
- [16] TCLP vs SPLP. Novesis [online]. [cit. 2015-04-14]. Dostupné z: <http://www.novesis.com/tclp-vs-splp/>
- [17] NOHÁLOVÁ, Dana. Stabilizace/solidifikace odpadu s vysokým obsahem hořčíku. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, 2013
- [18] HOLZBECHER, Závěš, J. CHURÁČEK, A KOL., 1987. Analytická chemie. Praha: SNTL, strana 641.

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

- PBT Perzistentní, bioakumulativní a toxické.
- AAS Atomová absorpční spektrometrie.
- HAC Kyselina octová.
- R Rotační třepačka - metoda vyluhování.
- V/D Vibrační třepačka - metoda vyluhování pro drcený odpad.
- V/N Vibrační třepačka - metoda vyluhování pro celistvý monolitický odpad.
- M Metoda vyluhování za pomoci míchadla.
- M-M Metoda vyluhování za pomoci míchadla – modré míchadlo, rok výroby 2002.
- M-Š Metoda vyluhování za pomoci míchadla – šedé míchadlo, rok výroby 1980.

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

<i>Obr. 1.: Systém s míchadlem .....</i>	25
<i>Obr. 2: Závislost <math>RL_{105}</math> na čase .....</i>	32
<i>Obr. 3: Rozpuštěné látky v závislosti na metodě vyluhování .....</i>	33
<i>Obr. 4: Závislost koncentrace chloridů na čase .....</i>	34
<i>Obr. 5: Závislost koncentrace chloridů na metodě vyluhování .....</i>	34
<i>Obr. 6: Závislost koncentrace selenu na čase .....</i>	35
<i>Obr. 7: Stanovení koncentrace selenu v závislosti .....</i>	36
<i>Obr. 8: Rozpuštěné látky v závislosti na metodě vyluhování .....</i>	38
<i>Obr. 9: Koncentrace chloridů v závislosti na metodě vyluhování .....</i>	39
<i>Obr. 10: Stanovení koncentrace selenu v závislosti na metodě .....</i>	40
<i>Obr. 11: Stanovení rozpuštěných látek na metodě vyluhování .....</i>	42
<i>Obr. 12: Stanovení koncentrace chloridů v závislosti na metodě .....</i>	43
<i>Obr. 13: Stanovení koncentrace selenu na metodě vyluhování .....</i>	44
<i>Obr. 14: Rozpuštěné látky v závislosti na metodě vyluhování .....</i>	45
<i>Obr. 15: Stanovení koncentrace chloridů na metodě .....</i>	46
<i>Obr. 16: Stanovení koncentrace na metodě .....</i>	47

**SEZNAM TABULEK**

<i>Tab. 1.: Seznam nebezpečných vlastností odpadů [8, 10]</i> .....	15
<i>Tab. 2.: Příprava S/S odpadu – poměry přísad</i> .....	23
<i>Tab. 3: Stanovení pH a vodivosti</i> .....	30
<i>Tab. 4: Grubbsův test pro rotační metodu (R)</i> .....	31
<i>Tab. 5: Stanovení T-Testu</i> .....	33
<i>Tab. 6: Stanovení T-Testu</i> .....	35
<i>Tab. 7: Stanovení T-Testu</i> .....	36
<i>Tab. 8: Stanovení pH a vodivosti</i> .....	37
<i>Tab. 9.: Stanovení T-Testu</i> .....	38
<i>Tab. 10: Stanovení T-Testu</i> .....	39
<i>Tab. 11: Stanovení T-Testu</i> .....	40
<i>Tab. 12: Stanovení pH a vodivosti</i> .....	41
<i>Tab. 13: Stanovení T-Testu</i> .....	42
<i>Tab. 14: Stanovení T-Testu</i> .....	43
<i>Tab. 15: Stanovení T-Testu</i> .....	44
<i>Tab. 16: Stanovení pH a vodivosti</i> .....	45
<i>Tab. 17: Stanovení T-Testu</i> .....	46
<i>Tab. 18: Stanovení T-Testu</i> .....	47
<i>Tab. 19: Stanovení T-Testu</i> .....	48

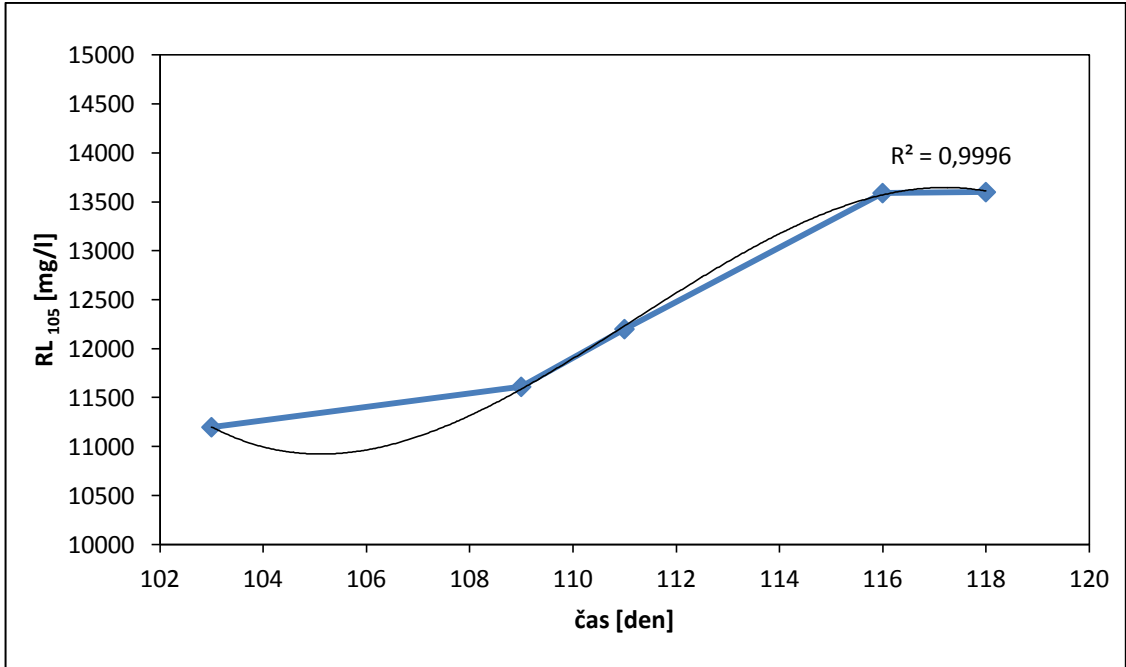
**SEZNAM PŘÍLOH**

- P I      Závislost rozpuštěných látek na čase pro zvolenou metodu vyluhování
- P II     Závislost koncentrace chloridů na čase pro zvolenou metodu vyluhování
- P III    Závislost koncentrace selenu na čase pro zvolenou metodu vyluhování

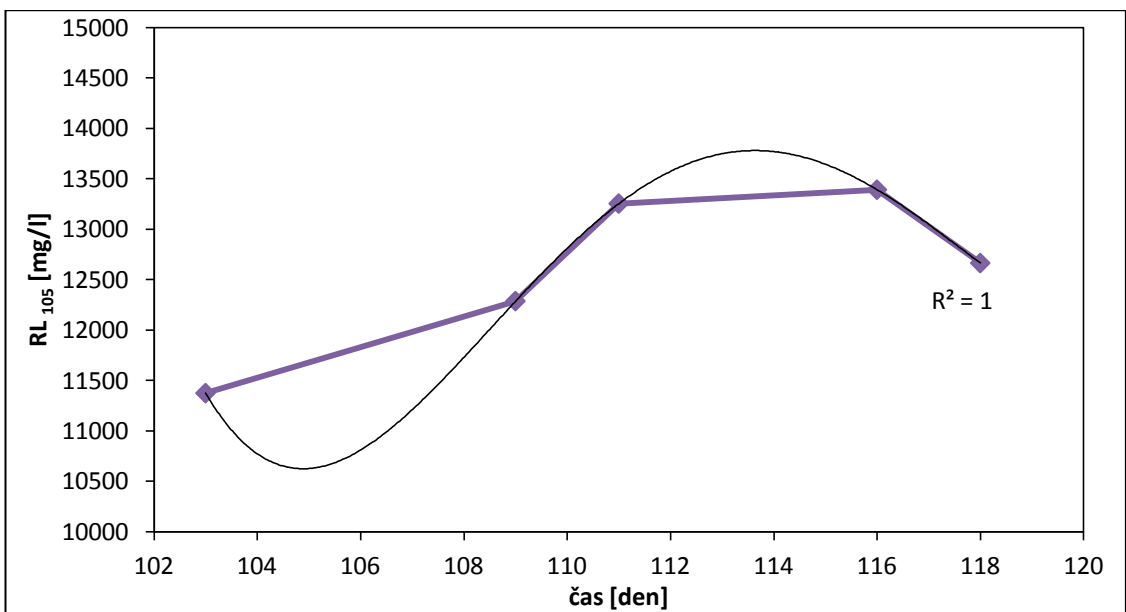


# PŘÍLOHA P I: ZÁVISLOST ROZPUŠTĚNÝCH LÁTEK NA ČASE PRO ZVOLENOU METODU VYLUHOVÁNÍ

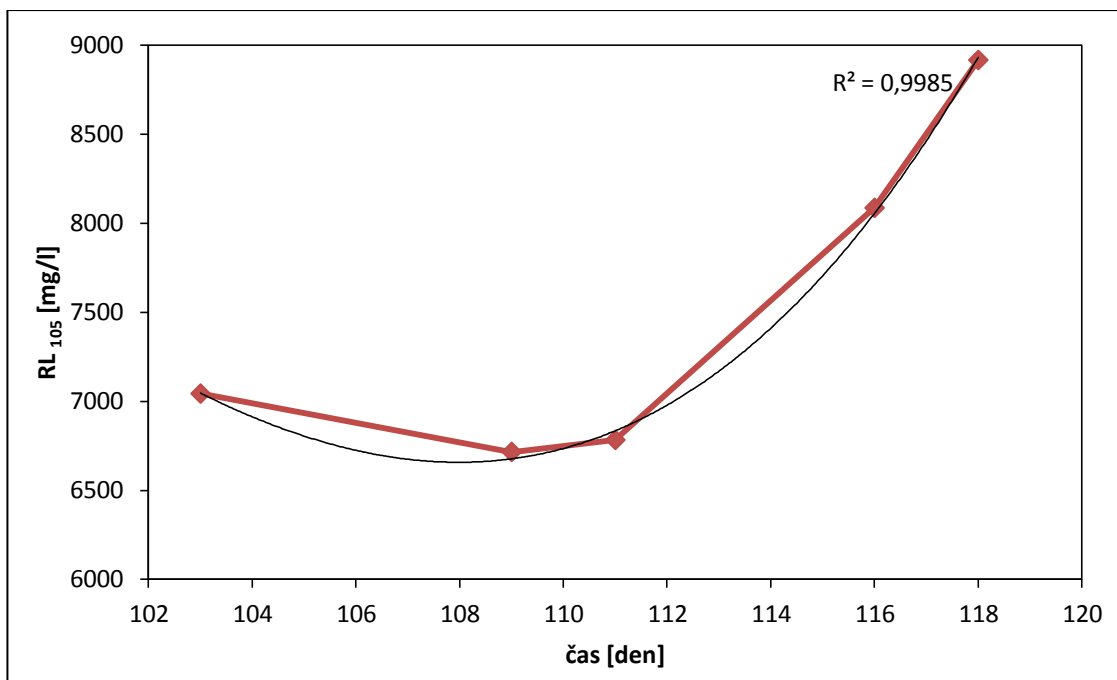
Pro V/D metodu vyluhování:



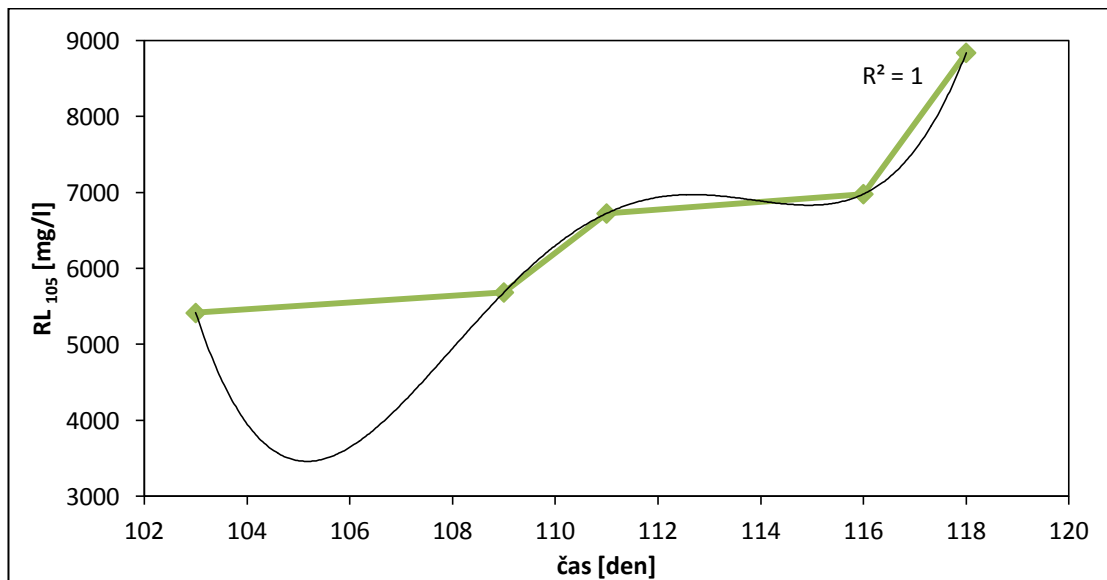
Pro R metodu vyluhování:



Pro V/N metodu vyluhování:

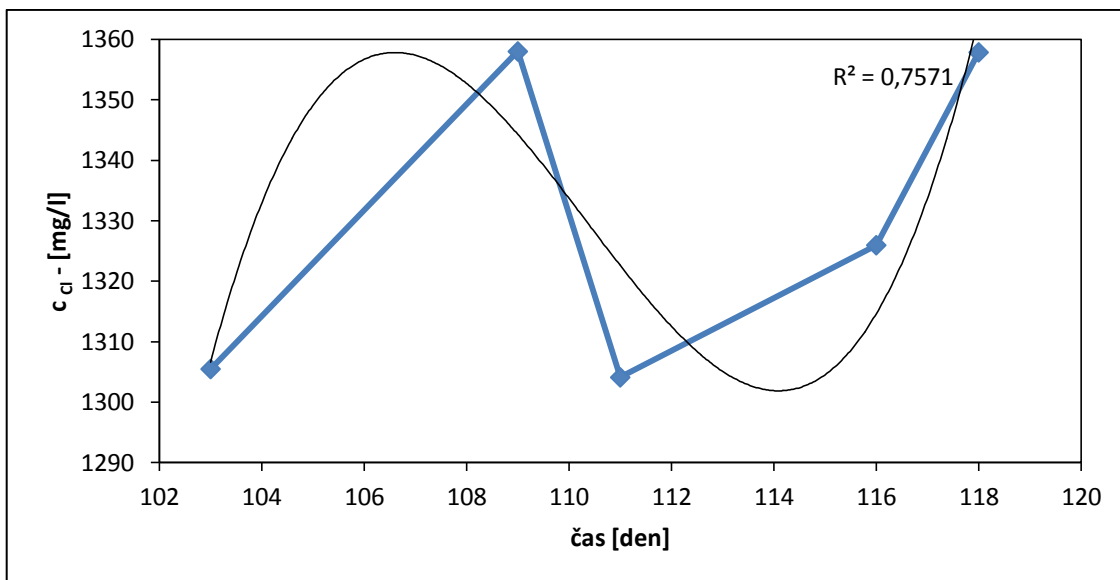


Pro M metodu vyluhování:

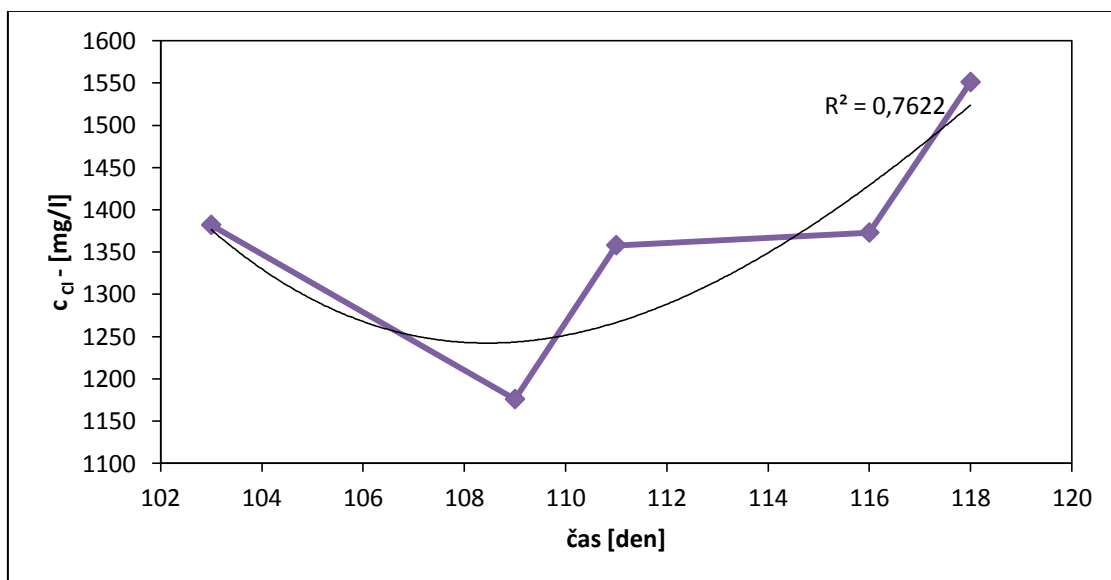


## PŘÍLOHA P II: ZÁVISLOST KONCENTRACE CHLORIDŮ NA ČASE PRO ZVOLENOU METODU VYLUHOVÁNÍ

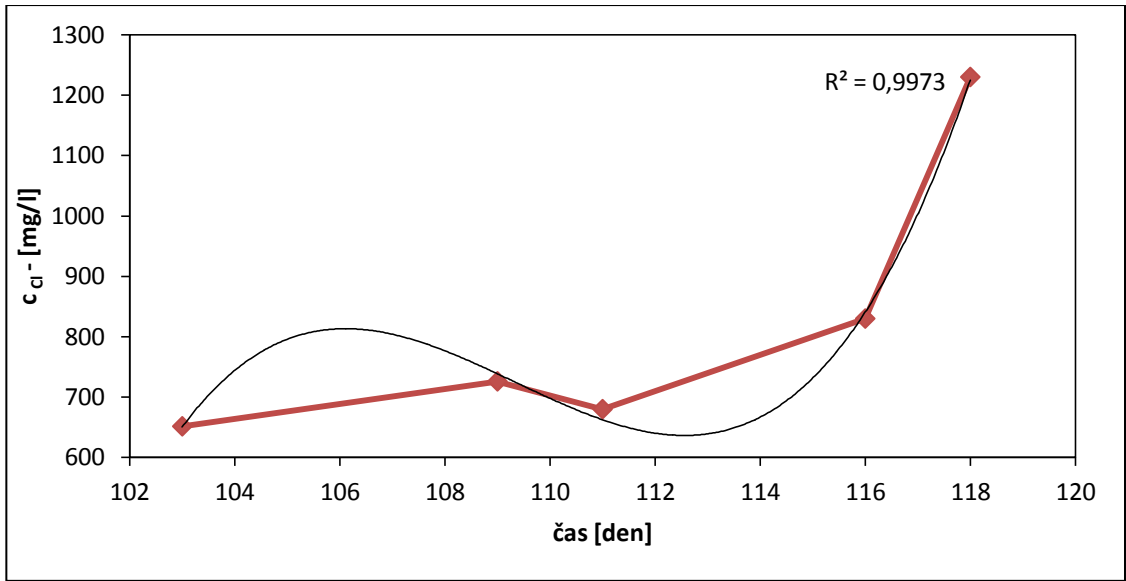
Pro V/D metodu vyluhování:



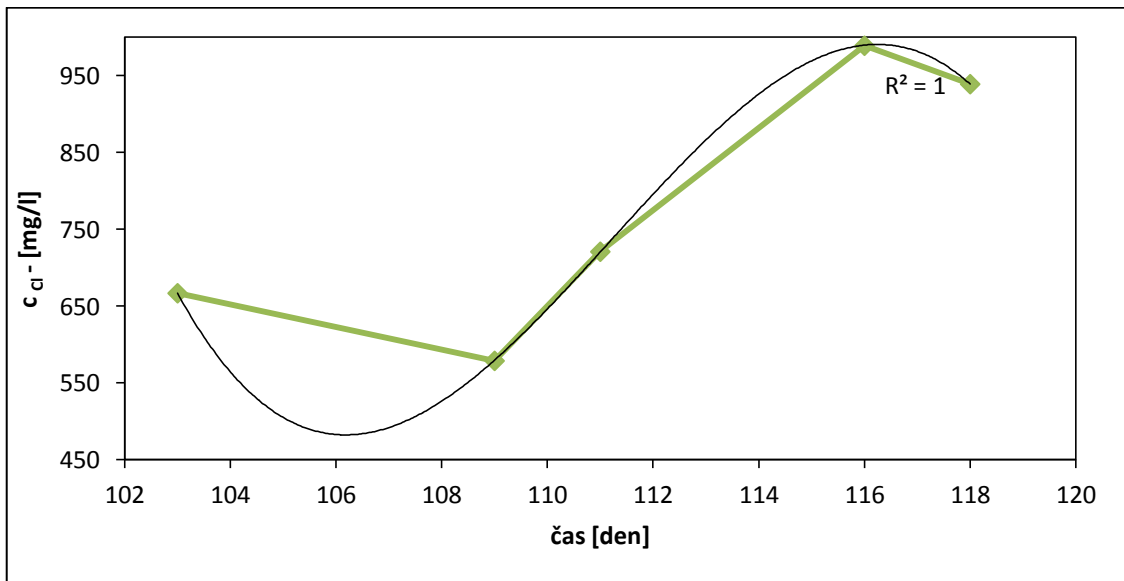
Pro R metodu vyluhování:



Pro V/N metodu vyluhování:

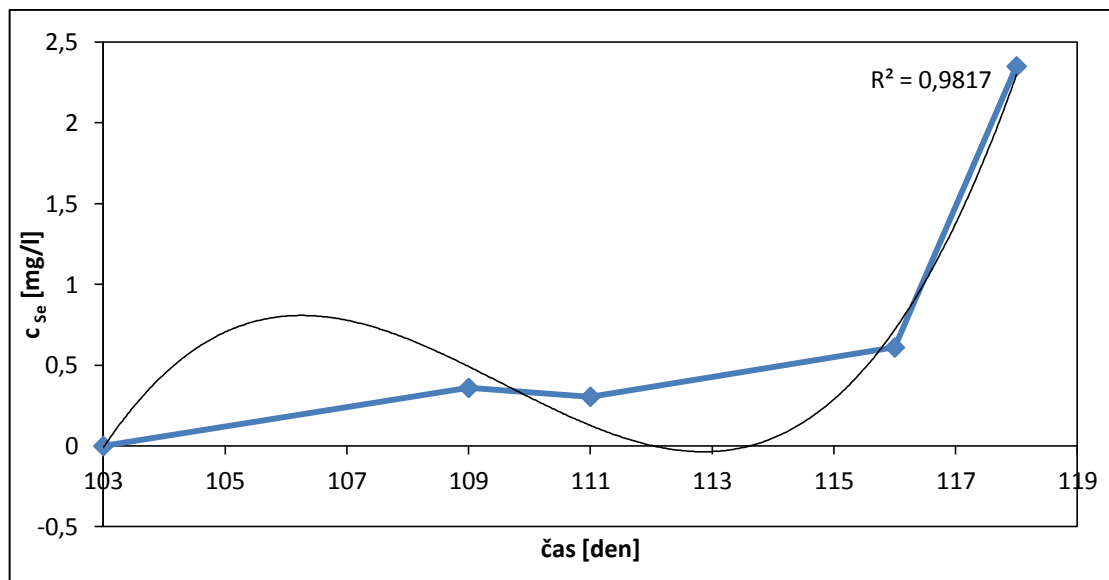


Pro M metodu vyluhování:

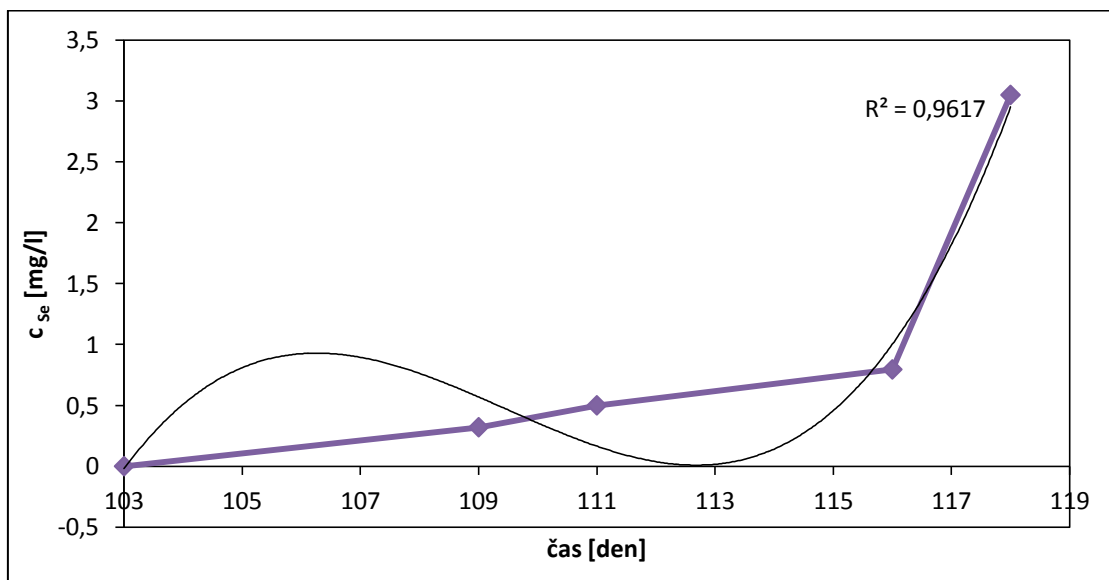


## PŘÍLOHA P III: ZÁVISLOST KONCENTRACE SELENU NA ČASE PRO ZVOLENOU METODU VYLUHOVÁNÍ

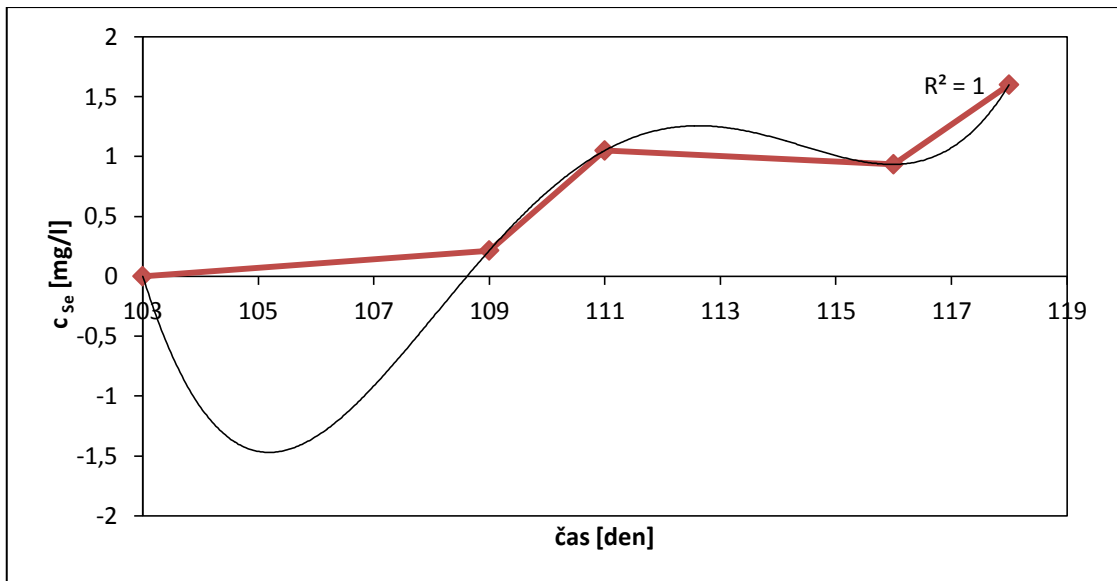
Pro V/D metodu vyluhování:



Pro R metodu vyluhování:



Pro V/N metodu vyluhování:



Pro M metodu vyluhování:

