

HODNOCENÍ POPÍLKŮ POMOCÍ VYLUHOVACÍHO TESTU PODLE VYHLÁŠKY Č. 338/1997 Sb. STANOVENÍ OPAKOVATELNOSTI A REPRODUKOVATELNOSTI POMOCÍ MEZILABORATORNÍ STUDIE

PAVEL JANOŠ a MARTINA HAMALOVA

Výzkumný ústav anorganické chemie, a.s., Revoluční 8, 400 01 Ústí nad Labem, e-mail: vuanch@mbox.vol.cz

Došlo dne 4.XII.1998

Klíčová slova: Hodnocení popílků, vyluhovací test

Obsah

1. Úvod
2. Experimentální část
 - 2.1. Použité materiály
 - 2.2. Organizace studie
 - 2.3. Statistický model a vyhodnocení experimentů
3. Výsledky a diskuse

1. Úvod

Při hodnocení pevných odpadů, ale i jiných *environmentálních* vzorků (půd, sedimentů), se kromě stanovení celkových obsahů kontaminantů velmi často využívá různých typů vyluhovacích testů a extrakčních postupů, neboť tyto postupy většinou poskytují úplnější informace o vlivech na životní prostředí. Z hlediska účelu lze vyluhovací testy rozdělit na tzv. testy shody, pomocí nichž se posuzuje, zda daný materiál vyhovuje určitým kritériím, např. hygienickým, a na testy sloužící k podrobnější charakterizaci materiálu, nebo jeho účinků na životní prostředí (pH-statický test, selektivní a sekvenční extrakční testy, z nichž nejznámější jsou čtyřstupňový Tessierův extrakční test a třístupňový BCR extrakční test¹⁻⁴). Podrobnější přehled a klasifikaci testů lze nalézt např. v pracích^{1,5,6}

V České republice platí od počátku r. 1998 Zákon o odpadech č. 125/1997 Sb., k němuž byla vydána mj. vyhláška MŽP č. 338/1997 Sb. o podrobnostech nakládání s odpady, kde je popsáno i hodnocení vyluhovatelnosti odpadů. V průběhu roku 1998 byl postup při hodnocení odpadů (vyluhovací test) upřesněn metodickým pokynem ministerstva životního prostředí (MP MŽP). Z hlediska výše uvedené klasifikace se jedná o test shody - podle koncentrací jednotlivých polutantů ve výluhu jsou odpady zařazovány do tzv. tříd vyluhovatelnosti. Na základě výsledků vyluhovacích testů jsou tedy činěna důležitá rozhodnutí s významnými (často finančními) důsledky. Je proto nesmírně důležité znát vypovídací hodnotu výsledků testů a analytické charakteristiky, jako jsou správnost a přesnost.

V minulé práci⁸ byly studovány faktory, které ovlivňují vyluhovatelnost polutantů z popílku při použití testu podle vyhlášky č. 338/1997 Sb. Byla rovněž odhadnuta přesnost

výsledků při provedení testu v jedné laboratoři stejnými pracovníky během krátkého časového rozmezí (podmínky opakovatelnosti). Při interpretaci a využití výsledků testu je ovšem důležitější znát údaje o přesnosti dosažitelné v různých laboratořích (používajících případně různá zařízení vyhovující podmínkám testu), tedy reprodukovatelnost zkoušek. Ke stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkušební metody se doporučují mezi laboratorní studie⁹. Krátce po zveřejnění MP MŽP⁷ byla zorganizována mezilaboratorní studie, jejímž cílem bylo určení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti při měření vyluhovatelnosti vybraných anorganických polutantů z popílku. Mezilaboratorní studie se zúčastnily laboratoře, které se tímto typem zkoušek rutinně zabývají a vesměs jsou držiteli osvědčení o akreditaci Českého institutu pro akreditaci.

Při mezilaboratorní studii byly současně distribuovány dva typy vzorků:

- i) popílek získaný spalováním hnědého uhlí (viz dále), s nímž byly prováděny vyluhovací testy podle Metodického pokynu MŽP,
- ii) modelový roztok, v němž byly stanovovány stejné složky, jako ve výluzech při vyluhovacím testu.

Tímto způsobem bylo možno porovnat přesnost výsledků vyluhovacího testu s přesností dosaženou při běžné analýze roztoku. Výsledky mezilaboratorní studie jsou předmětem této práce.

2. Experimentální část

2.1. Použité materiály

K vyluhovacím testům byl použit popílek zachycený na elektroodlučovačích v teplárně spalující severočeské hnědé uhlí. Popílek byl vysušen (stabilizován) při laboratorní teplotě po dobu 10 dnů a poté homogenizován v kulovém mlýně s korundovými koulemi (podrobnější postup viz⁸). Vzorky byly distribuovány jednotlivým laboratořím ve skleněných zorkovnicích v množství asi 1 kg. Vzorek byl označen jako popílek L1.

Modelový roztok byl připraven z jedné z šarží popílku L1 postupem podobným, jako při vyluhovacím testu. Jeho složení bylo tedy blízké očekávanému složení výluhu při vyluhovacích testech. Modelový roztok byl konzervován přidávkou asi 0,5 mol.l⁻¹ kyseliny dusičné a distribuován v plastových lahvích v množství asi 1 l pod označením MV1.

2.2. Organizace studie

Mezilaboratorní studie se zúčastnilo celkem deset laboratoří, ne všechny však poskytly výsledky obou typů zkoušek (vyluhovacího testu a analýzy modelového roztoku). Každého z obou typů zkoušek se zúčastnilo nejméně osm laboratoří, což je minimální počet doporučovaný normou¹⁰. Pro provedení vyluhovacího testu byl předepsán postup podle MP MŽP⁷ s následujícím upřesněním: K vyluhovacímu testu navažovat 100 g vzorku, výluh provádět v plastových lahvích, míchání během testu provádět otáčením láhve o 180° s frekvencí 5-10 krát za minutu podle vyhlášky č. 338/1997 Sb. (MP MŽP připouští širší interval frekvencí). Postupy pro stanovení jednotlivých analytů nebyly předepsány. Laboratoře měly použít

postupy doporučené v MP MŽP, nebo jiné pro daný účel validované metody. Bylo předepsáno provést čtyři opakování vyluhovacího testu spolu se slepým pokusem a uvést výsledky korigované na hodnotu slepého pokusu. Současně s analýzami výluhů byly prováděny analýzy modelového roztoku MVI a výsledky byly předávány podobnou formou.

2.3. Statistický model a vyhodnocení experimentů

Při odhadování správnosti a přesnosti metody se předpokládá, že každý výsledek je součtem tří složek¹⁾:

$$y = m + B + e \quad (1)$$

kde m je obecná střední hodnota, B je strannost vnesená laboratoří za podmínek opakovatelnosti a e je náhodná chyba při daném měření. O členu B se předpokládá, že je konstantní během zkoušek prováděných za podmínek opakovatelnosti, mění se však za jiných podmínek (zejména v různých laboratořích). Rozptyl členu B se nazývá mezilaboratorní rozptyl a lze jej vyjádřit jako:

$$\text{var}(B) = \delta_L^2 \quad (2)$$

Člen e představuje náhodnou chybu. V rámci jedné laboratoře se její rozptyl za podmínek opakovatelnosti nazývá vnitrolaboratorní rozptyl a lze jej vyjádřit jako:

$$\text{var}(e) = \delta_w^2 \quad (3)$$

Pro správně navrženou (normalizovanou) metodu se dále předpokládá, že vnitrolaboratorní rozptyly se v jednotlivých laboratořích příliš neliší. Pak lze vypočítat určitou společnou

hodnotu jako aritmetický průměr vnitrolaboratorních rozptylů; tato veličina se nazývá rozptyl opakovatelnosti:

$$\delta_L^2 = \overline{\text{var}(e)} = \overline{\delta_w^2} \quad (4)$$

Rozptyl reprodukovatelnosti je dán součtem mezilaboratorního rozptylu a rozptylu opakovatelnosti:

$$\delta_R^2 = \delta_L^2 + \delta_r^2 \quad (5)$$

Vztahy pro výpočty odhadů uvedených rozptylů resp. příslušných směrodatných odchylek jsou uvedeny v normě⁹⁾.

3. Výsledky a diskuse

Výsledky vyluhovacích testů popílků L1 a analýz modelového roztoku MVI byly zpracovány postupem podrobně popsaným v normě⁹⁾. V tabulce I jsou uvedeny průměrné hodnoty koncentrací jednotlivých složek získané při vyluhovacích testech ve zúčastněných laboratořích (jde o období formuláře B v normě⁹⁾). V tabulce II jsou shrnuty směrodatné odchylky výsledků jednotlivých laboratoří při vyluhovacích testech (období formuláře C podle normy⁹⁾). V tabulkách III a IV jsou analogickým způsobem zaznamenány výsledky analýz modelového roztoku MVI. Přítomnost odlehlých hodnot směrodatných odchylek byla testována pomocí Cochranova testu, přítomnost odlehlých hodnot průměrů byla testována pomocí Grubbsova testu pro jedno a dvě pozorování⁹⁾. Po vyloučení odlehlých hodnot byly vypočteny odhady celkových průměrů a rozptylů (směrodatných odchylek); výsledky jsou shrnuty v tabulkách V a VI.

Porovnání přesnosti (opakovatelnosti a reprodukovatelnosti) dosažené při vyluhovacím testu a analýze modelového roztoku umožňuje obr. 1, kde jsou znázorněny hodnoty relativních

Tabulka I

Průměrné hodnoty zjištěné při vyluhovacím testu popílků L1, $n = 4$

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	Číslo laboratoře							
	1	2	3	4	5	6	7	8
pH	4,795	4,475	4,645	N ^a	4,840	4,530	4,510	4,643
Vodivost [mS.m ⁻¹]	30,55	43,28	43,75	N ^a	42,30	36,08	45,93	47,85
Ca	42,6	48,3	46,9	43,6	42,1	46,2	43,8	48,9
K	8,06	7,23	13,48	13,55	13,23	11,83	13,70	14,73
Al	9,03	8,83	7,09	10,25	7,11	7,18	9,29	10,25
As	1,460	1,745	1,453	2,150	1,778	1,768	1,465	0,985
Ba	0,1405	0,1370	0,1108	0,1543	0,1163	0,1190	0,1275	0,1125
Cd	0,00525	0,00603	0,00121	0,00455	0,00975	4,712	N ^a	0,00525
Fe	0,1738	0,1243	0,2175	0,2000	0,1130	0,1840	0,1250	0,1300
Cu	0,1778	0,1863	0,1843	0,1925	0,1270	0,1210	0,1675	0,1825
Mn	0,2918	0,2675	0,2980	0,3128	0,2610	0,2800	0,2825	0,2925
Ni	0,1285	0,1463	0,2377	0,1600	0,1138	0,1265	0,1350	0,1425
Zn	0,2258	0,4125	0,2778	0,2425	0,1138	0,3020	0,2575	0,2350
Fluoridy	0,420	5,800	7,503	N ^a	4,775	3,783	5,700	6,030
Amonné ionty	0,3450	0,3700	0,0550	N ^a	0,6450	0,4720	0,3875	0,4010
Sulfáty	218,3	214,8	211,0	N ^a	232,5	182,0	212,8	224,0

^a N - laboratoř nedodala výsledky

Tabulka II
Směrodatné odchylky jednotlivých laboratoří při vyluhovacím testu popílku L1

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	Číslo laboratoře							
	1	2	3	4	5	6	7	8
pH	0,006	0,029	0,006	N ^a	0,042	0,027	0,012	0,039
Vodivost [mS.m ⁻¹]	0,058	0,597	0,500	N ^a	0,483	0,050	0,419	1,891
Ca	0,386	0,957	0,841	0,126	0,793	0,523	0,542	2,321
K	0,042	0,330	0,150	0,238	0,150	0,096	0,115	0,655
Al	0,026	0,171	0,159	0,173	0,391	0,073	0,231	0,421
As	0,004	0,031	0,034	0,129	0,048	0,045	0,044	0,038
Ba	0,00404	0,00787	0,00206	0,00772	0,00386	0,00356	0,00957	0,00500
Cd	0,00050	0,00017	0,00036	0,00019	0,00189	0,232	N ^a	0,00096
Fe	0,0035	0,0114	0,0171	0,0082	0,0067	0	0,0238	0,0337
Cu	0,0022	0,0225	0,0059	0,0050	0,0039	0,0022	0,0050	0,0050
Mn	0,0017	0,0525	0,0047	0,0071	0,0012	0,0008	0,0050	0,0126
Ni	0,0013	0,0059	0,1684	0,0163	0,0022	0,0089	0,0100	0,0050
Zn	0,0033	0,0492	0,0245	0,0050	0,0022	0,0058	0,0050	0,0100
Fluoridy	0,001	0,231	0,124	N ^a	0,030	0,116	0,141	0,487
Amonné ionty	0,0129	0,0245	0,0071	N ^a	0,0370	0,0294	0,0150	0,0169
Sulfáty	13,38	2,99	6,88	N ^a	12,66	8,72	2,06	12,03

^aN - laboratoř nedodala výsledky

Tabulka III
Průměrné hodnoty zjištěné při analýze modelového roztoku MV1, n = 4

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	Číslo laboratoře								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Ca	46,7	48,3	48,3	43,2	42,1	43,7	43,0	46,2	N ^a
K	8,20	13,83	13,48	13,00	13,65	13,20	13,70	13,13	N ^a
Al	8,99	8,20	7,09	8,40	7,54	7,21	7,71	8,28	N ^a
As	1,239	1,481	1,453	1,375	1,553	1,313	1,385	1,338	1,475
Ba	0,1215	0,3722	0,1108	0,1013	0,1013	0,1100	0,1000	0,1100	N ^a
Cd	0,0055	0,0052	0,0012	0,0043	0,0053	4,75	<0,005	0,0053	0,0041
Fe	0,0898	0,0825	0,1521	0,0845	0,0978	0,2622	0,1150	0,0865	0,0880
Cu	0,1455	0,1350	0,1145	0,1300	0,1233	0,1263	0,1200	0,1300	0,1320
Mn	0,2990	0,2850	0,2900	0,2905	0,2860	0,2668	0,2550	0,2800	0,2100
Ni	0,1298	0,1550	0,1445	0,1400	0,1278	0,1398	0,1150	0,1400	0,1283
Zn	0,2040	0,2083	N ^a	0,2180	0,1955	0,2020	0,1975	0,2200	0,1990
Sulfáty 2	18,0	68,3	N ^a	205,5	N ^a	200,8	N ^a	212,3	N ^a

^aN - laboratoř nedodala výsledky

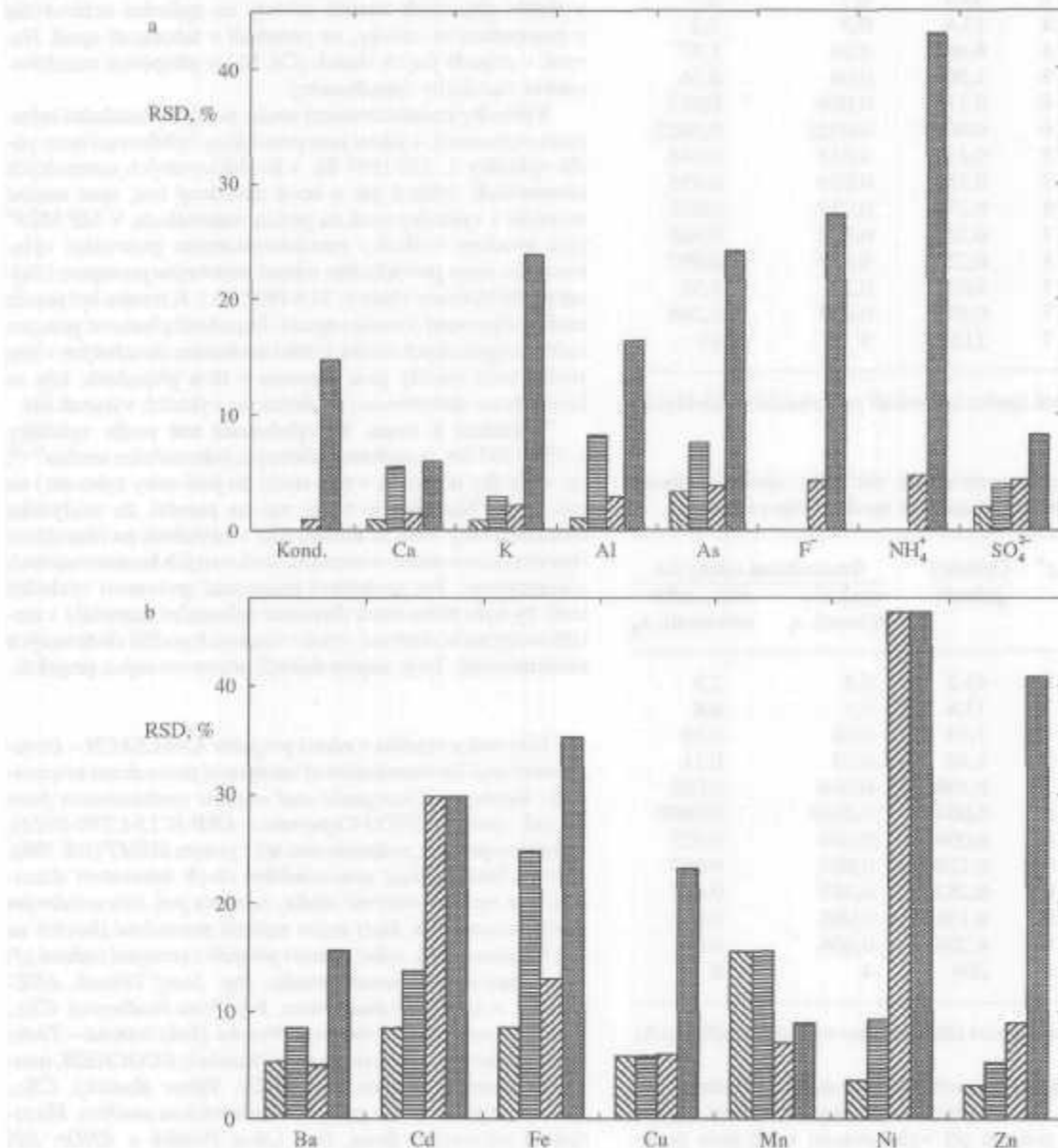
Tabulka IV
Směrodatné odchylky jednotlivých laboratoří při analýze modelového roztoku MV1

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	Číslo laboratoře								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Ca	0,150	2,630	0,957	0,173	0,126	0,369	0,383	2,206	N ^a
K	0,017	0,222	0,150	0,116	0,058	0,082	0,116	0,096	N ^a
Al	0,031	0,100	0,159	0,082	0,088	0,017	0,036	0,056	N ^a
As	0,006	0,058	0,034	0,098	0,070	0,017	0,013	0,005	0,024
Ba	0,0031	0,0096	0,0021	0,0083	0,0043	0,0022	0	0	N ^a
Cd	0,00058	0	0,00036	0,00014	0,00050	0,2345	N ^a	0,00050	0,00021

Pokračování tabulky IV

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	Číslo laboratoře								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Cu	0,0013	0,0163	0,0066	0	0,0045	0,0017	0	0	0,0018
Mn	0,0026	0,0100	0,0082	0,0040	0,0135	0,0025	0,0058	0	0,1210
Ni	0,0039	0,0059	0,0054	0,0082	0,0010	0,0029	0,0058	0	0,0022
Zn	0,0045	0,0112	0,0062	0,0027	0,0024	0,0065	0,0096	0	0,0014
Sulfáty	6,98	0,71	N ^a	2,38	N ^a	3,40	N ^a	2,63	N ^a

^a N - laboratoř nedodala výsledky



Obr. 1. Porovnání relativních směrodatných odchylek (RSD) opakovatelnosti a reprodukovatelnosti při analýze modelového roztoku MV1 a při vyluhovacím testu popílku L1. Zleva doprava: relativní směrodatná odchylka opakovatelnosti při analýze modelového roztoku (▨), relativní směrodatná odchylka reprodukovatelnosti při analýze modelového roztoku (■), relativní směrodatná odchylka opakovatelnosti při vyluhovacím testu (▩), relativní směrodatná odchylka reprodukovatelnosti při vyluhovacím testu (⊞)

Tabulka V

Celkové průměry a směrodatné odchylky opakovatelnosti a reprodukovatelnosti při vyluhovacím testu podle vyhlášky č. 338/1997 Sb.

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	p^a	Celkový průměr	Směrodatná odchylka	
			opakova- telnosti, s_r	reproduko- vatelnosti, s_R
pH	7	4,63	0,03	0,14
Vodivost [mS.m ⁻¹]	7	43,0	0,4	6,3
Ca	8	45,3	0,7	2,7
K	8	13,4	0,3	3,2
Al	8	8,46	0,24	1,37
As	8	1,50	0,06	0,36
Ba	8	0,119	0,006	0,019
Cd	6	0,0075	0,0022	0,0022
Fe	8	0,138	0,018	0,048
Cu	8	0,150	0,009	0,035
Mn	8	0,279	0,019	0,025
Ni	7	0,129	0,060	0,060
Zn	8	0,227	0,020	0,092
Fluoridy	7	5,07	0,22	1,39
Amonné ionty	7	0,476	0,023	0,204
Sulfáty	7	213	9	18

^a p - Počet souborů (počet laboratoří po vyloučení odlehlých)

Tabulka VI

Celkové průměry a směrodatné odchylky opakovatelnosti a reprodukovatelnosti při analýze modelového roztoku

Stanovovaná složka [mg.l ⁻¹]	p^a	Celkový průměr	Směrodatná odchylka	
			opakova- telnosti, s_r	reproduko- vatelnosti, s_R
Ca	8	45,2	0,4	2,5
K	7	13,6	0,1	0,4
Al	8	7,93	0,08	0,65
As	9	1,40	0,05	0,11
Ba	7	0,108	0,006	0,009
Cd	6	0,0049	0,0004	0,0007
Fe	8	0,099	0,008	0,025
Cu	9	0,129	0,007	0,007
Mn	8	0,282	0,043	0,043
Ni	9	0,136	0,005	0,012
Zn	8	0,206	0,006	0,011
Sulfáty	4	209	4	8

^a p - Počet souborů (počet laboratoří po vyloučení odlehlých)

směrodatných odchylek (na obr. 1 a jsou uvedeny hodnoty pro makrosložky, na obr. 1b pro mikrosložky). Relativní směrodatné odchylky získané při vyluhovacím testu jsou podle očekávání pro většinu složek vyšší, než při analýze modelového roztoku, neboť vyluhovací test představuje výrazně složitější zkoušku, než je běžná analýza roztoku. Pouze v případě stanovení manganu byla z ne zcela zřejmých příčin

přesnost při analýze modelového roztoku horší, než při vyluhovacím testu, přičemž zdrojem variability byl vnitrolaboratorní rozptyl.

Porovnáním relativních směrodatných odchylek opakovatelnosti a reprodukovatelnosti lze posoudit vliv vnitrolaboratorní a mezilaboratorní variability na přesnost stanovení jednotlivých složek. Je např. vidět, že reprodukovatelnost stanovení amonných iontů je výrazně horší, než opakovatelnost, jinými slovy projevuje se zde výrazný příspěvek mezilaboratorní variability. To lze pravděpodobně vysvětlit vlastnostmi testovaného materiálu - popílek díky svým sorpčním vlastnostem je schopen zachycovat amoniak (případně i další složky, např. organické látky) z ovzduší. Výsledek testu bude v těchto případech značně závislý na způsobu uchování a manipulace se vzorky, na prostředí v laboratoři apod. Naopak v případě jiných složek (Cd, Ni) je příspěvek mezilaboratorní variability zanedbatelný.

Výsledky mezilaboratorní studie poskytují základní informaci o přesnosti, s jakou jsou prováděny vyluhovací testy podle vyhlášky č. 338/1997 Sb. v kvalifikovaných tuzemských laboratořích. Jelikož jde o nově zavedený test, není možné srovnání s výsledky testů na jiných materiálech. V MP MŽP jsou uvedeny výsledky mezilaboratorního porovnání vyluhovacího testu prováděného údajně podobným postupem (zřejmě podle Nařízení vlády č. 513/1992 Sb.). K testům byl použit uměle připravený vzorek odpadu. Dosažené přesnosti jsou pro řadu anorganických složek blízké hodnotám dosaženým v této studii, větší rozdíly jsou zejména v těch případech, kdy se koncentrace stanovovaných složek ve vyluzích výrazně liší.

Vzhledem k tomu, že vyluhovací test podle vyhlášky č. 338/1997 Sb. je podobný některým zahraničním testům^{11,12}, lze výsledky dosažené v této studii do jisté míry zobecnit i na tyto testy. Nicméně je třeba mít na paměti, že analytické charakteristiky testů se mohou lišit v závislosti na charakteru (matrici) testovaného materiálu, sledovaných kontaminantech a koncentraci. Pro spolehlivé posouzení správnosti výsledků testů by bylo třeba mít k dispozici referenční materiály s certifikovanými hodnotami vyluhovatelných podílů sledovaných kontaminantů. To je náplní dalších připravovaných projektů.

Tato práce vznikla v rámci projektu ANALEACH - Development and harmonisation of analytical procedures to quantitative leaching of inorganic and organic contaminants from fly ash (projekt INCO-Copernicus ERB-IC15-CT96-0811), účast v projektu je podporována též z grantu MŠMT (OK 296). Autoři článku děkují pracovníkům všech laboratoří účastnících se mezilaboratorní studie, zejména pak níže uvedeným spolupracovníkům, kteří nejen zajistili provedení zkoušek ve svých laboratořích, nýbrž vesměs přispěli i cennými radami při organizaci a vyhodnocení studie: Ing. Josef Vilímek, ANECLAB s. r. o., České Budějovice, Ing. Jana Seidlerová, CSc, Centrální analytická laboratoř, Vysoká škola báňská - Technická univerzita, Ostrava, Ing. Jiří Koubek, ECOCHEM, analytické centrum, Praha, doc. RNDr. Viktor Kanický, CSc, Laboratoř plazmových zdrojů pro chemickou analýzu, Masarykova univerzita, Brno, Ing. Libor Průdek a RNDr. Jiří Toman, LABTECH spol. s r. o., Brno, Ing. Tomáš Bouda, CSc, MEGALAB s. r. o., Stráž pod Ralskem, Ing. Karel Lach, CSc, OKD DPB Paskov, a. s., Ing. Miroslav Perný, ÚNS - Laboratorní služby, Kutná Hora.

LITERATURA

1. van der Sloot H. A., Hesman L., Quevanviller Ph.: *Harmonization of Leaching/Extraction Tests*. Elsevier, Amsterdam 1997.
2. Tessier A., Campbell P. G. C., Bisson M.: *Anal. Chem.* 57,844(1979).
3. Quevanviller Ph., Rauret G., Griepink B.: *Int. J. Environ. Anal. Chem.* 57,231 (1993).
4. Pérez-Cid B., Lavilla I., Bendicho C: *Anal. Chim. Acta* 378, 201 (1999).
5. Kolčava D., Toman J.: *Příprava vzorků pro chemickou analýzu III, str. 44, Radějov u Strážnice, květen 1998*.
6. Janoš P.: *Vodní hospodářství*, v tisku.
7. Metodický pokyn pro stanovení vyluhovatelnosti odpadů. Příloha zpravodaje MŽP ČR, č. 9, str. I (1998).
8. Janoš P., Hodslavská J., Ditz J.: *Chem. Listy* 93, 639 (1999).
9. ČSN ISO 5725-2: Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 2: Základní metody pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření (leden 1997).
10. ČSN ISO 5725-1: Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření - Část 1: Obecné zásady a definice (leden 1997).
11. prEN 12457 (návrh normy): Characterization of Waste - Leaching - Compliance Test for Leaching of Granular Waste Materials - Determination of the Leaching of Constituents from Granular Waste Materials and Sludges, CEN 1996.
12. DIN 38 414, Teil 4: Schlamm und Sedimente (Gruppe S). Bestimmung der Eluierbarkeit mit Wasser (S 4) (1984).

P. Janoš and M. Hamalová (Research Institute of Inorganic Chemistry, Ústí nad Labem): Assessment of Fly Ashes by the Leaching Test Under the Enactment No. 338/1997. Determination of Repeatability and Reproducibility by Interlaboratory Study

A new Czech leaching test under the enactment No. 338/1997 was used to assess leachability of selected inorganic contaminants, in particular heavy metals, from fly ashes. Main analytical performance characteristics of the test (repeatability and reproducibility) were determined in a collaborative study using a procedure described in the standard ISO 5725-2. Ten laboratories from the Czech Republic participated in the study. The repeatability expressed as relative standard deviation of the leaching test ranged from ca. 1 % for macrocomponents to ca. 46 % for microcomponents, whereas the reproducibility ranged from ca. 6 % for macrocomponents to ca. 46 % for microcomponents.