



Zakładowa Norma ZN - 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie

Zatwierdzam:



**NORMA ZAKŁADOWA:  
ERBUD ZN-01.  
Arkusz 1  
(28.06.2015)**

Tytuł:

**Zasady i metodyka poboru  
próbek monolitycznych odpadów  
z instalacji stabilizacji i zestalania  
ZTUOK w Koninie,  
do badań niezbędnych  
w celu wykonania testów zgodności  
oraz oceny stabilności i niereaktywności odpadów.**

Autorzy:



KRYSZTOF CZESZLIK-SOCHACKI  
KANCLARIA ADWOKACKA

dr inż. Jerzy Ryszard Dobosz  
dr inż. Krzysztof Lorenz

Warszawa, czerwiec 2015r.



## Zakładowa Norma ZN – 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

---

### 1. Wstęp

#### 1.1. Przedmiot normy

Przedmiotem normy są zasady i metodyka pobierania próbek do badań monolitycznych odpadów w postaci prostopadłościennych bloczków o wymiarach: 100 mm x 100 mm x 150 mm ( $\pm 20$  mm) (jednorazowo 2 sztuki) i powyżej, jednak o całkowitej masie nieprzekraczającej 15,0 kg, wytwarzanych w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie.

### 2. Powołania normatywne.

PN-EN 12920

PN-EN 14429

PN-EN 12457-4

PN-EN 12457-1,2

EN 15863:2015

CEN / TS 14405

CEN / TS 16637-2

CEN / TS 15862

CEN / TS 15864

US EPA 1315 (SW846)

LAGA EW 98:2012,

Rozporządzenie Ministra Gospodarki z 8.01.2013 r. (Dz.U. poz.38).

### 3. Terminy/określenia i definicje.

Do normy zastosowanie mają następujące terminy i definicje:

- 3.1. **Odpad monolityczny** – odpad o określonych rozmiarach minimalnych oraz fizycznych i mechanicznych właściwościach, które zapewniają jego całość w ciągu określonego czasu, uzyskiwany w procesie przetwarzania odpadów poprzez ich stabilizację i zestalanie;
- 3.2. **Próbka** - próbka monolitycznego odpadu wytworzona w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie pobrana wg ERBUD ZN – 01. Jedna sztuka lub określona liczba sztuk monolitycznego odpadu, ograniczona w sposób fizyczny. W ZTUOK w Koninie wyznacza tę liczbę blat, służący do umieszczenia odpadu monolitycznego w regałach magazynowych, w których prowadzony jest proces dojrzwania stabilizowanych i zestalonych odpadów. W przypadku pobierania próbek z gotowych jednostek opakowaniowych odpadów monolitycznych, przygotowanych do przekazania do składowania może to być paleta transportowa (co należy wyraźnie zaznaczyć w protokole poboru prób);
- 3.3. **Wymywanie** - badanie procesu wymywania, podczas którego próbkę lub próbki odpadów doprowadza się do kontaktu z cieczą wymywającą i niektóre składniki materialu próbki są ekstrahowane;



## Zakładowa Norma ZN – 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

- 3.4. **Wyciąg wodny** - roztwór otrzymany w wyniku długotrwałego procesu wmywania;
- 3.5. **Pojedyncze porcjowe badanie wmywania** – badanie procesu wmywania, wg normy ERBUD – ZN 02, w którym ustalona ilość materiału próbki odpadu jest wmywana jednostopniowo z laminarnym mieszaniem mechanicznym ustaloną ilością cieczy wmywającej;
- 3.6. **Stosunek wilgotności (MC [%])** – stosunek masy wody ( $M_w - M_D$ ) [kg] zawartej w próbce odpadu o masie ( $M_D$  [kg]):

$$MC = 100 \times (M_w - M_D) / M_D [\%], \text{ gdzie:}$$

$M_w$  - masa nie suszonej próbki analitycznej [kg];

$M_D$  - masa wysuszonej próbki analitycznej [kg];

- 3.9. **Próbka laboratoryjna** – próbka odpadu lub wyciągu wodnego, wysłana do akredytowanego przez PCA laboratorium lub badana na miejscu w Laboratorium ZTUOK w Koninie;
- 3.10. **Próbka do badań laboratoryjnych** – próbka przygotowana z próbki laboratoryjnej, z której są wydzielane do badań lub analiz fizyczno - chemicznych próbki analityczne;
- 3.11. **Próbka analityczna** – ciecz wydzielana z próbki do badań laboratoryjnych o określonej objętości, przeznaczona do wykonania oznaczeń fizyczno - chemicznych składników zanieczyszczeń wyciągu wodnego lub próbka odpadu, pobrana do badań wytrzymałościowych lub badania wyciągu wodnego.

## 4. Pobieranie próbek.

### 4.1. Zasady ogólne.

- 4.1.1. **Próbobiorca** - osoba pobierająca próbki – pobranie próbek powinno być przeprowadzone przez osobę uprawnioną lub upoważnioną przez zainteresowane strony, posiadającą świadectwo przeszkolenia w zakresie poboru i przechowywania próbek. Zaleca się, aby był to pracownik Laboratorium lub obsługi instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie. W fazie rozruchu instalacji świadectwa wystawionego przez autorów ZN 01, a w fazie normalnej pracy ZTUOK przez audytora jakości w ZTUOK.
- 4.1.2. **Miejsce pobierania próbek** – w pobliżu stanowiska przygotowania blatów do dojrzewania (próbki pierwotne), a wszystkie pozostałe próbki należy pobierać i zestawiać w pomieszczeniu przyjęcia prób Laboratorium ZTUOK w Koninie.



**Zakładowa Norma ZN – 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

**4.1.3. Blaty (tace) do czasowego odkładania próbek** powinny być czyste i suche, sporządzone z materiału nie oddziałującego na materiał próbki. Błat laboratoryjny podręczny na 1 – 2 szt. próbek odpadów monolitycznych posiada powierzchnię 50,0 cm x 60,0 cm. Na blatach należy w sposób trwały umieścić w widocznym miejscu etykietę, wypełnianą zapisami w trakcie pobierania próbek, ich podziału i przekazywania próbek do badań. Sposób nanoszenia oznaczenia musi zapewnić jego trwałość w całym okresie przechowywania próbek w laboratorium i archiwum. Błat magazynowy posiada powierzchnię 70,0 cm x 120,0 cm

**4.1.4. Próbki analityczne należy pobierać** ręcznie, zabezpieczając dłoń rękawicą ochronną. Przy poborze pozostałych próbek (blaty obciążone odpadami monolitycznymi) należy posłużyć się odpowiednim sprzętem lub maszynami prostymi (żurawik, dźwig, elektryczny wózek widłowy itp.) zwracając uwagę, aby nie uszkodzić powierzchni próbek.

**4.1.5. Tożsamość partii i serii**

Przed przystąpieniem do pobierania próbek należy ustalić tożsamość partii.

W tym celu należy ustalić i zapisać w metryczce datę, godzinę poboru, ewentualną cechę powiązaną z aktualnym procesem technologicznym.

W wyborze godziny poboru próby, która powinna być ustalona losowo, można posłużyć się tabelą liczb losowych.

Pracownik laboratorium (również losowo) wybiera dwie godziny, w których nastąpi pobranie próbek pierwotnych, po czym sam lub osoba upoważniona pobiera próbki w wybranym dniu o ustalonych godzinach (w dowolnym momencie ich trwania), zapelnia dwa blaty i przekazuje je do pomieszczenia przyjęcia prób laboratorium, nanosząc na etykietę blatu przewidziane informacje.

**4.1.6. Umieszczanie (mieszanie) na jednym blacie próbek**, pochodzących z różnych serii jest niedopuszczalne.

**4.2. Sposób pobierania próbek pierwotnych**

W pierwszym dniu okresu (lub w ostatnim dniu poprzedniego okresu), określającym nową partię odpadów, próbobiorca wybiera losowo dzień okresu (nr serii danej partii) w której nastąpi pobranie próbki jednostkowej (próbki do badań), następnie (również losowo) wybiera dwie godziny, w których nastąpi pobranie próbek pierwotnych, po czym sam lub osoba upoważniona pobiera próbki odpadów monolitycznych, w wybranym dniu o ustalonych godzinach (w dowolnym momencie ich trwania) zapelnia dwa



## **Zakładowa Norma ZN - 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

blaty i przekazuje je do pomieszczenia przyjęcia prób Laboratorium, nanosząc na etykietę blatu przewidziane informacje.

Próbki pierwotne (blaty), jak również odpady monolityczne na nich umieszczone, pozostawia się w spokoju przez okres kolejnych 7 dni od ich wytworzenia (posługując się informacją o dacie, umieszczoną na etykiecie, przymocowanej do podstawy/blatu), kiedy losuje się i wybiera odpady monolityczne, stanowiące pierwsze próbki analityczne.

### **4.3. Sposób pobierania pozostałych próbek.**

W pomieszczeniu przyjęcia prób Laboratorium ZTUOK w Koninie pracownik Laboratorium, posługując się narzędziami i innym sprzętem, pobiera i zestawia na blacie pozostałe próbki - próbki analityczne do kolejnych badań, (minimum z dwóch wylosowanych blatów), składające się z par odpadów monolitycznych (pochodzących z tego samego miejsca na obu blatach), tworzących próbkę do badań. W celu uniknięcia pomyłek każdą parę odpadów monolitycznych należy zdejmować z blatów bezpośrednio przed badaniem.

Pozostałe blaty można/należy, w tym momencie, zawrócić do hali dojrzwania, dołączając je do właściwej partii odpadów monolitycznych.

### **4.4. Zabezpieczenie próbek**

Wszystkie próbki przechowywane są w wydzielonej, zamykanej części pomieszczenia Laboratorium lub archiwum ZTUOK w Koninie.

### **4.5. Okres przechowywania próbek**

Z uwagi na wymagania, dotyczące stabilności i niereaktywności odpadów monolitycznych, próbki archiwalne należy przechowywać przez okres co najmniej 15 miesięcy od daty ich wytworzenia. Próbki, które w trakcie badań ulegną istotnemu uszkodzeniu lub zniszczeniu, należy usunąć z laboratorium, można je zawrócić, po skruszeniu, do instalacji (do mieszalnika). Pozostałe, niewykorzystane do badań odpady monolityczne należy przetrzymać przez okres 1,5 miesiąca jako ewentualną rezerwę na wykonanie powtórzeń badań, po czym również usunąć.

### **4.6. Warunki przechowywania próbek w archiwum**

Próbki archiwalne, przeznaczone do ewentualnych badań arbitrażowych, należy przechowywać w ciemnym i suchym pomieszczeniu, chronionym przed dużymi wahaniami temperatury  $\Delta t = 40^{\circ}\text{C} (\pm 5^{\circ}\text{C})$ .



**Zakładowa Norma ZN – 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

---

#### **4.7. Protokoły poboru próbek**

W szóstym dniu pobierania próbek pierwotnych należy sporządzić protokół pobrania próbki jednostkowej, zawierający wszystkie dane z kolejnych etykiet, w tym:

- datę kolejnych dni pobrania próbek pierwotnych i oznaczenie serii,
- nazwisko osoby pobierającej próbki pierwotne,
- inne, powiązane dane technologiczne lub uwagi, podane przez personel obsługi instalacji,
- potwierdzenie przyjęcia próbki jednostkowej przez pracownika Laboratorium.

Po przyjęciu próbki jednostkowej i dokonaniu losowania/wyboru odpadów monolitycznych, które utworzą próbkę do badań, pracownik Laboratorium sporządza protokół pobrania próbki do badań, zawierający m.in.:

- nr pól na blatach, które zostały wybrane do kolejnych badań (w cyklach po 7 i po 28 dniach od pobrania próbek pierwotnych);
- powiązany z nr pola rodzaj badania (oznaczenie wilgotności odpadu monolitycznego, porcjowy test wymywania po 7 dniach, porcjowy test wymywania po 28 dniach, badania wytrzymałościowe po 28 dniach).

Na podstawie tych zapisów, po upływie określonego czasu, odpady monolityczne są zdejmowane z blatów i poddawane badaniom wg norm ERBUD – ZN - 02 ,ERBUD ZN - 03 i ERBUD ZN - 04 oraz badaniom wytrzymałościowym.

#### **5. Protokoły przekazania próbek uzyskanych wyciągów do akredytowanego przez PCA laboratorium.**

Protokół przekazania próbki powinien zawierać:

- Oznaczenie partii/serii i datę pobrania próbki do badań;
- Oznaczenie rodzaju testu: np. DTW wg ZN-03/ nr.../...mc/...rok;
- Nr frakcji ( z podaniem czasu [godz.]);
- Oznaczonego odczynu [pH] i przewodności elektrycznej;
- Listę wymaganych oznaczeń ( zalecane jest co najmniej wykonanie oznaczenia TDS i DOC);
- Osobę wykonującą test wymywania i pobierającą próbkę (jeśli są różne);
- Adresata przesyłki kurierskiej.(Laboratorium posiadające stosowne akredytacje PCA);
- Dane osoby przekazującej kurierowi przesyłki z próbką;



**Zakładowa Norma ZN – 01 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

---

- Datę i godzinę przekazania kurierowi próbki do badań (godzinę odbioru przez kuriera), numer przesyłki kurierskiej.



Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

Zatwierdzam:



**NORMA ZAKŁADOWA:  
ERBUD ZN-02.  
Arkusz 1  
(wersja 28.06.2015 r. - ...)**

Tytuł:

**Zasady i metodyki sporządzania  
wyciągów wodnych  
z próbek monolitycznych odpadów  
z instalacji stabilizacji i zestalania  
ZTUOK w Koninie.  
Jednoporcjowy test wymywania.**

Autorzy:



KRZYSZTOF CZISZEJKO SOŁTACI  
KANCLARIA ADWOKACKA

dr inż. Jerzy Ryszard Dobosz  
dr inż. Krzysztof Lorenz

Warszawa, czerwiec 2015





**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

**1. Zakres normy. Warunki podstawowe.**

- proporcje: ciecz wymywająca/próbka odpadu monolitycznego pobrana wg ERBUD ZN - 01 o masie <15 kg suchej masy - stosunek masowy 10:1
- próbka monolitycznego odpadu o wymiarach: 100 mm x 100 mm x 150 mm ( $\pm$  20 mm) (2 sztuki)
- czas wymywania 24 godz.
- temperatura - (20-25°C)
- przygotowanie wyciągu wodnego, odcieku do analizy w procesach: sedymentacji
- w cieczy wyciągu wodnego, odcieku wykonanie oznaczeń fizyczno - chemicznych wskaźników zanieczyszczeń wg aktualnych PN lub EN

**2. Powołania normatywne.**

PN-EN 12920  
PN-EN 14429  
PN-EN 12457-4  
PN-EN 12457-1,2  
EN 15863:2015  
CEN / TS 14405  
CEN / TS 16637-2  
CEN / TS 15862  
CEN / TS 15864  
US EPA 1315 (SW846)  
LAGA EW 98:2012,  
Rozporządzenie Ministra Gospodarki z 8.01.2013 (Dz.U. poz.38).

**3. Terminy i definicje.**

Do normy zastosowanie mają następujące terminy i definicje:

- 3.1. Próbka** - próbka monolitycznego odpadu wytworzona w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie pobrana wg ERBUD ZN - 01. Jedna sztuka lub określona liczba sztuk monolitycznego odpadu, ograniczona w sposób fizyczny. W ZTUOK w Koninie wyznacza tę liczbę blat, służący do umieszczenia odpadu monolitycznego w regałach magazynowych, w których prowadzony jest proces dojrzwiania stabilizowanych i zestalonych odpadów. W przypadku pobierania próbek z gotowych jednostek opakowaniowych odpadów monolitycznych, przygotowanych do przekazania do składowania może to być paleta transportowa (co należy wyraźnie zaznaczyć w protokole poboru prób);
- 3.2. Wymywanie**, - badanie procesu wymywania, podczas którego próbkę lub próbki odpadów doprowadza się do kontaktu z cieczą wymywającą i niektóre składniki materiału próbki są ekstrahowane;
- 3.3. Ciecz wymywająca do badania wymywania** - cieczą wymywającą jest woda destylowana, woda demineralizowana, woda dejonizowana



**Zakładowa Norma ERBUD ZN – 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

lub woda o równoważnej czystości, odczynie pH ( $5 < \text{pH} < 7,5$ ), o przewodności  $< 0,5$  mS/m zgodnie ze stopniem czystości 3 wg EN ISO 3696;

- 3.4. Wyciąg wodny** - roztwór otrzymany w wyniku długotrwałego procesu wymywania;
- 3.5. Pojedyncze porcjowe badanie wymywania** - badanie procesu wymywania, w którym ustalona ilość materiału próbki odpadu jest wymywana jednostopniowo z laminarnym mieszaniem mechanicznym ustaloną ilością cieczy wymywającej;
- 3.6. Stosunek cieczy (L) do fazy stałej (S): L/S** - stosunek pomiędzy całkowitą ilością cieczy wymywającej (L [dm<sup>3</sup>]), która w procesie wymywania znajduje się w kontakcie z próbką odpadu (S [kg]) i wyrażana w dm<sup>3</sup>/kg;
- 3.7. Stosunek wilgotności (MC [%])** - stosunek masy wody ( $M_w - M_D$ ) [kg] zawartej w próbce odpadu o masie ( $M_D$  [kg]):
- $$MC = 100 \times (M_w - M_D) / M_D [\%], \text{ gdzie:}$$
- $M_w$  - masa nie suszonej próbki analitycznej [kg];  
 $M_D$  - masa wysuszonej próbki analitycznej [kg];
- 3.8. Próbka laboratoryjna** - próbka odpadu lub wyciągu wodnego, wysłana do akredytowanego przez PCA laboratorium lub badana na miejscu w laboratorium ZTUOK w Koninie;
- 3.9. Próbka do badań laboratoryjnych** - próbka przygotowana z próbki laboratoryjnej, z której są wydzielane do badań lub analiz fizyczno - chemicznych próbki analityczne;
- 3.10. Próbka analityczna** - ciecz wydzielana z próbki do badań laboratoryjnych o określonej objętości, przeznaczona do wykonania oznaczeń fizyczno - chemicznych składników zanieczyszczeń wyciągu wodnego lub próbka odpadu, pobrana do badań wytrzymałościowych lub badania wyciągu wodnego;
- 3.11. Komora wymywania** - naczynie cylindryczne o średnicy wewnętrznej 30 cm i wysokości 50 cm, pojemności min 35 dm<sup>3</sup> (z możliwością zabezpieczenia przed światłem słonecznym), wykonane z obojętnego chemicznie przezroczystego materiału (szkło, polimetakrylan, poliwęglan) z pokrywą z przejściem do zamknięcia wodnego, pozwalające na umieszczenie monolitycznej próbki o wymiarach 10 cm x 10 cm x 15 ( $\pm 2$ ) cm, ułożonej na niekorozyjnym stelażu w taki sposób aby, próbka nie stykała się ze ściankami naczynia, umożliwiając mieszanie cieczy mieszadłem magnetycznym.  
Komora posiada:



## Zakładowa Norma ERBUD ZN – 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

- szczelne przykrycie z zainstalowanym w najwyższym jej punkcie króćcem do odgazowywania,
- dolny zawór spustowy na wysokości 8 cm od dna naczynia;

### **4. Przeprowadzenie testu zgodności.**

Przeprowadzenie testu zgodności polega na porównaniu i ocenie zgodności uzyskanych wartości wyników oznaczeń fizyczno-chemicznych składników zanieczyszczeń wyciągu wodnego, z maksymalnymi wartościami dla poszczególnych wskaźników określonymi w odpowiednich przepisach prawa.

Wynikiem testu zgodności jest informacja, czy badana próbka odpadu spełnia wymogi Rozporządzenia Ministra Gospodarki z 8.01.2013 (Dz.U. 2013, poz.38) załącznika nr 5.

#### **4.1. Zasada.**

Materiał próby (wg 3.1) jest doprowadzany do kontaktu z cieczą (3.3) w określonych warunkach. Niniejsza norma oparta jest na założeniu, że podczas trwania badania procesu wymywania osiągnąć jest stan równowagi lub stan zbliżony do równowagi pomiędzy fazą ciekłą i stałą podczas czasu trwania tego badania.

Wyciąg wodny oddzielany jest od fazy stałej w procesach sedymentacji i filtracji. Wartości wskaźników fizyczno-chemicznych wyciągu wodnego, są oznaczane metodami opracowanymi do analizy wody i ścieków.

#### **4.2 Aparatura i odczynniki**

**4.2.1. Komora do wymywania** (2 szt.) stanowi naczynie cylindryczne (z możliwością zabezpieczenia przed światłem słonecznym), wykonane z obojętnego chemicznie przezroczystego materiału (szkło, polimetakrylan, poliwęglan) z pokrywą z przejściem do zamknięcia wodnego o wymiarach: średnica wewnętrzna 30 cm, wysokość 50 cm, pozwalające na umieszczenie monolitycznej próbki o wymiarach: 10 cm x 10 cm x (15 ± 2) cm, ułożonej na niekorozyjnym stelażu, w taki sposób aby kostka nie stykała się ze ściankami komory (Rys. 1).

Komora posiada:

- szczelne przykrycie z zainstalowanym w najwyższym jej punkcie króćcem do odgazowania,
- zawór spustowy usytuowany 8 cm nad dnem komory;

**4.2.2 Elektryczne mieszadło magnetyczne** z mieszadłem o średnicy 8 mm, długości maks. 50 mm;

**4.2.3. Stelaż** wykonany z niemagnetycznego materiału, nie ulegającemu korozji przeznaczony do umieszczania próbki (1.2.4.) w komorze do prowadzenia procesu wymywania (4.2.1) ok. 8 cm nad dnem naczynia (tak, aby mieszadło mogło swobodnie rotować wymuszając laminarny opływ próbki cieczą wymywającą);



**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zęstalenia odpadów ZTUOK w Koninie**

- 4.2.4 Wirówka** pracująca w zakresie > 2000 g;
- 4.2.5. Cylinder pomiarowy** do określenia objętości stojący 1000 cm<sup>3</sup> z dokładnością ±1%;
- 4.2.6 Naczynie sedymentacyjne Imhoffa 1000 cm<sup>3</sup>** z zaworem spustowym (lej sedymentacyjny wg Imhoffa) na statywie - 3 szt.;
- 4.2.7 Konduktometr z obowiązkową kompensacją temperatury oraz opcją pomiaru TDS;**
- 4.2.8 Pehametr (0-14) pH** z jednoczesnym pomiarem temperatury;
- 4.2.9 Waga techniczna** do 30,0 kg z tolerancją ± 10 g;
- 4.2.10 Instalacja wody destylowanej, wody demineralizowanej, wody dejonizowanej lub wody o równoważnej czystości, odczyn pH (5 < pH < 7,5), o przewodnictwie elektrycznym <0,5 mS/m;**
- 4.2.11 Pojemniki (kanistry z tworzywa)** pojemności 3 dm<sup>3</sup> - 8 szt.;
- 4.2.12 Pojemniki (kanistry z tworzywa)** pojemności 5 dm<sup>3</sup> - 3 szt.;
- 4.2.13 Suszarka laboratoryjna** pojemność komory suszenia - 100 dm<sup>3</sup>;
- 4.2.14 Pompa wirowa zanurzana lub samozasysająca (np. perystaltyczna)** o parametrach pracy H = (4,0 - 6,0) m H<sub>2</sub>O oraz Q = (5 - 10) dm<sup>3</sup>/min z regulatorem wydajności i osprzętem instalacyjnym pozwalającym na pomiar ilości przepompowanej cieczy;
- 4.2.15 Kolba/butla - zamknięcia gazowej komory do wymywania „zamknięcie wodne”.**

## **5. Procedura**

### **5.1 Przygotowanie próby do wymywania**

Wymywanie i oznaczenia laboratoryjne należy prowadzić w temperaturze pokojowej (od 20°C do 25°C).

### **5.2. Opis procedury**

Próbkę, po zważeniu, umieszcza się w statywie (wg 4.2.3), wkłada do komory wymywania (4.2.1), podobnie postępuje się z drugą próbką. Obie próbki poddaje się wymywaniu równolegle w dwóch komorach, nalewając przy pomocy pompy i w końcowej fazie napełniania komory, cylindra miarowego ciecz (wg. 4.2.12) do wymywania w ilości L [dm<sup>3</sup>] ustalając podczas ekstrakcji stosunek cieczy do fazy stałej (L/S) = 10 [kg/kg] z dokładnością ± 2 %.



## Zakładowa Norma ERBUD ZN – 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

Ilość cieczy wymywającej oblicza się z wzoru (wg.3.8):

$$L = (10 - MC/100) \times M_D \text{ [dm}^3\text{]}$$

Czas wymywania wynosi 24 godz.  $\pm$  0,5 godz.

Podczas wymywania ciecz jest mieszana za pomocą wolno - obrotowego mieszadła elektrycznego lub magnetycznego (laminarny przepływ cieczy wymywającej - około 120 obr/min).

Po zakończeniu wymywania, odczekać 1 godzinę dla sedymentacji osadu, otworzyć zawór i odmierzyć do pojemnika (wg. 4.2.14) około 3 dm<sup>3</sup> tego roztworu. Z tego pojemnika wlać ciecz do 3 lejów Imhoffa.

Po odstaniu roztworu w lejach Imhoffa (wg 4.2.8) przez ok. 1 godz., całkowicie napełnić pojemnik 2 dm<sup>3</sup> klarownym roztworem i przechować w chłodziarce do czasu przekazania do laboratorium zewnętrznego. Dodatkowo odmierzyć 500 cm<sup>3</sup> do pomiaru odczynu pH i przewodności elektrycznej. Zaleca się aby pomiary te wykonane były niezwłocznie po pobraniu.

Uwaga: W przypadku gdy zawiesina nie ulega sedymentacji należy roztwór odwirować.

**5.3 Wyciągi wodne** wykonuje się w dwóch cyklach: wstępny - po 7 dniu stabilizacji (zestalania) oraz końcowy po 28 dniach stabilizacji i zestalania.

Cykl wstępny obejmuje wykonanie następujących oznaczeń:

- pH, przewodność elektryczna - laboratorium ZTUOK.

Cykl końcowy obejmuje wykonanie oznaczeń:

- pH, przewodność elektryczna - laboratorium ZTUOK. oraz **pełne oznaczenia** niezbędne do testu zgodności wykonuje się w laboratorium posiadającym akredytację PCA (wymyte ilości składników oraz inne oznaczenia, wg załącznika nr 5 Rozporządzenia MG z 08.01.2013).

### **6. Obliczenia dla wyciągów wodnych**

W oznaczeniu wskaźników zanieczyszczeń wyciągów wodnych otrzymanych z wymywania dwóch próbek należy podać stężenia składników w ekstrakcie wyrażone w mg/dm<sup>3</sup>.

Wyniki końcowe są wyrażane jako wymyta ilość (**C<sub>x</sub>**) składnika X w odniesieniu do całkowitej masy próbki [mg/kg suchej masy].





## Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

Ilość składnika X wymytego z próbki odpadu monolitycznego obliczyć, na podstawie suchej masy wyjściowej materiału, z wzoru:

$$A_x = C_x \times L / M_D$$

$$[A] = [\text{mg}/\text{dm}^3] \times [\text{dm}^3] \times [\text{kg suchej masy}]^{-1} = [\text{mg}/\text{kg suchej masy}]$$

gdzie:

- $A_x$  - uwolniona ilość składnika X przy  $L/S = 10$  [mg/kg suchej masy];
- $C_x$  - stężenie poszczególnego składnika w ekstrakcie [mg/dm<sup>3</sup>];
- $L$  - objętość użytej cieczy wymywającej [dm<sup>3</sup>];
- $M_D$  - sucha masa próbki analitycznej [kg suchej masy].

### **7. Dokumentacja i protokoły badań w laboratorium ZTUOK**

Wszystkie odchylenia od minimalnych wymagań, według niniejszej normy należy udokumentować w protokole badań.

**7.1. Dokumentacja sporządzenia wyciągu wodnego** winna zawierać następujące informacje:

- masa surowa  $M_w$  próbki analitycznej,
- adres laboratorium i nazwiska osób odpowiedzialnych,
- data badania wytwarzającego wyciąg wodny,
- opis ekstrakcji,
- temperatura w laboratorium podczas badania,
- objętość cieczy wymywającej użyta do wymywania  $L$  [dm<sup>3</sup>],
- opis procedury oddzielania wyciągu wodnego,
- czas pomiędzy zakończeniem mieszania i rozpoczęciem oddzielania,
- czas trwania pełnego oddzielania,
- objętość zdekantowanego wyciągu wodnego,
- wyniki pomiarów natychmiastowych (pH, temperatura, przewodność elektryczna),
- metoda utrwalania wyciągu wodnego i przechowywania do dalszych analiz.

**7.2 Obliczenia** dotyczące badania wyciągu wodnego i tła analitycznego

- wyniki obliczenia wymytych ilości zanieczyszczeń [mg/dm<sup>3</sup>] i [mg/kg suchej masy] (wg załącznika nr 5 Rozporządzenia MG z dnia 08.01.2013),
- data wykonania ostatniego tła analitycznego,
- wyniki ostatniego badania tła analitycznego w odniesieniu do badanej próbki odpadu oraz poziomy powyżej których wyniki mogą być uważane za ważne.



**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

**7.3 Tabela wyników**

Metryczka cyklu wymywania Nr ...../miesiąc/rok.

1. Nr próbki.....
2. Data poboru próbki.....
3. Nr serii.....
4. Nr tygodnia dojrzewania zestalanej próbki.....
5. Nr dnia dojrzewania zestalanej próbki .....

Lp	Oznaczenie próbki	Nr analizy	Odczyn pH	Temperatura [°C]	Przewodność [mS/m]	TDS [mg/kg]	Inne oznacz.

**8. Tożsamość partii i serii**

Przed przystąpieniem do pobierania próbek należy ustalić tożsamość partii. W tym celu należy ustalić i zapisać w metryczce datę, godzinę poboru, ewentualną cechę powiązaną z aktualnym procesem technologicznym. W wyborze godziny poboru próby, która powinna być ustalona losowo, można posłużyć się tabelą liczb losowych. Pracownik laboratorium (również losowo) wybiera dwie godziny w których nastąpi pobranie próbek pierwotnych, po czym sam lub osoba upoważniona pobiera próbki w wybranym dniu o ustalonych godzinach (w dowolnym momencie ich trwania), zapełnia dwa blaty i przekazuje je do pomieszczenia przyjęcia prób Laboratorium, nanosząc na etykietę blatu przewidziane informacje.

**Uwaga:**

**Umieszczanie (mieszanie) na jednym blacie próbek, pochodzących z różnych serii jest niedopuszczalne.**

Próbki pierwotne (blaty), jak również odpady monolityczne na nich umieszczone, pozostawia się w spokoju przez okres kolejnych 7 dni od ich wytworzenia (posługując się informacją o dacie, umieszczoną na etykiecie, przymocowanej do podstawy/blatu), kiedy losuje się i wybiera odpady monolityczne, stanowiące pierwsze próbki analityczne.

**9. Sposób pobierania pozostałych próbek**

W pomieszczeniu przyjęcia prób Laboratorium ZTUOK w Koninie, pracownik Laboratorium, posługując się ewentualnie narzędziami lub innym sprzętem, ręcznie pobiera do kolejnych badań próbki analityczne (1.2.8.)

W celu uniknięcia pomyłek, każdy zestaw odpadów monolitycznych należy zdejmować z blatów bezpośrednio przed badaniem.

Pozostałe blaty można/należy w tym momencie zawrócić do hali dojrzewania, dołączając je do właściwej partii odpadów monolitycznych.



**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zestawiania odpadów ZTUOK w Koninie**

**10. Zabezpieczenie próbek**

Wszystkie próbki przechowywane są w wydzielonej, zamykanej części pomieszczenia Laboratorium lub archiwum ZTUOK w Koninie.

**11. Okres przechowywania próbek**

Z uwagi na wymagania, dotyczące stabilności i niereaktywności odpadów monolitycznych, należy próbki archiwalne przechowywać przez okres co najmniej 15 miesięcy od daty ich wytworzenia. Próbki, które w trakcie badań ulegną zasadniczo uszkodzeniu lub zniszczeniu, należy usunąć z laboratorium (można je zawrócić, po skruszeniu, do procesu produkcji). Pozostałe, niewykorzystane odpady monolityczne należy przetrzymać przez okres 1,5 miesiąca jako ewentualną rezerwę na wykonanie powtórzeń badań, po czym również usunąć.

**12. Warunki przechowywania próbek w archiwum**

Próbki archiwalne, przeznaczone do ewentualnych badań arbitrażowych, należy przechowywać w ciemnym i suchym pomieszczeniu, chronionym przed dużymi wahaniami temperatury ( $15 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ).

**13. Protokoły poboru próbek**

W dniu pobierania próbek pierwotnych należy sporządzić protokół pobrania próbki jednostkowej, zawierający wszystkie dane z kolejnych etykiet, w tym:

- datę pobrania próbek pierwotnych i oznaczenie serii,
- nazwisko osoby pobierającej próbki pierwotne,
- inne, powiązane dane technologiczne lub uwagi, podane przez personel obsługi instalacji,
- potwierdzenie przyjęcia próbki jednostkowej przez pracownika Laboratorium.

Po przyjęciu próbki jednostkowej i dokonaniu losowania/wyboru odpadów monolitycznych, które utworzą próbkę do badań, pracownik Laboratorium sporządza protokół pobrania próbki do badań, zawierający m.in.:

- nr pól na blatach, które zostały wybrane do badań (od daty pobrania próbek pierwotnych),
- powiązany z nr pola rodzaj badania (oznaczenie wilgotności odpadu monolitycznego, porcjowy test wmywania po 7 dniach, porcjowy test wmywania po 28 dniach, badania wytrzymałościowe po 28 dniach).

Na podstawie tych zapisów, po upływie określonego czasu, odpady monolityczne są zdejmowane z blatów i poddawane badaniom.





**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 02 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

**14. Protokoły przekazania próbek uzyskanych wyciągów do akredytowanego przez PCA laboratorium.**

Protokół przekazania próbki powinien zawierać:

- Oznaczenie partii/serii i datę pobrania próbki do badań;
- Oznaczenie rodzaju testu: np. DTW wg ZN-03/ nr..../.mc/...rok;
- Nr frakcji ( z podaniem czasu [godz.]);
- Oznaczonego odczynu [pH] i przewodności elektrycznej;
- Listę wymaganych oznaczeń ( zalecane jest co najmniej wykonanie oznaczenia TDS i DOC);
- Osobę wykonującą test wymywania i pobierającą próbkę (jeśli są różne);
- Adresata przesyłki kurierskiej.(Laboratorium posiadające stosowne akredytacje PCA);
- Dane osoby przekazującej kurierowi przesyłki z próbką;
- Datę i godzinę przekazania kurierowi próbki do badań (godzinę odbioru przez kuriera), numer przesyłki kurierskiej.

Rys. 1 Schemat stanowiska do wykonania badań procesu wymywania z próbek pobranych wg normy ERBUD ZN - 01 w ZTUOK w Koninie.



Zakładowa Norma ERBUD ZN – 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie

Zatwierdzam:



**NORMA ZAKŁADOWA:  
ERBUD ZN-03.  
Arkusz 1  
(28.06.2015 r.)**

**Tytuł:**

**Zasady i metodyka sporządzania wyciągów wodnych  
z monolitycznych odpadów  
z instalacji stabilizacji i zestalania  
ZTUOK w Koninie.  
Dynamiczny test wymywania przy okresowej  
wymianie cieczy.**

Autorzy:



KRZYSZTOF CZESZKO SOCHACKI  
KANCLARIA ADWOKACKA

dr inż. Jerzy Ryszard Dobosz  
dr inż. Krzysztof Lorenz

Warszawa, czerwiec 2015 r.



## **1. Wstęp**

### **1.1 Przedmiot normy**

Przedmiotem normy są zasady i metodyka oznaczenia dynamicznego wymywania dla stabilizowanej i zestalanej monolitycznej próby odpadów w postaci prostopadłościennych bloczków o wymiarach około 100 mm x 100 mm x 150 mm ( $\pm 20$  mm) i powyżej, jednak o całkowitej masie nieprzekraczającej masę 15,0 kg, wytwarzanych w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie.

### **1.2 Terminy/określenia i definicje**

**1.2.1 Odpad monolityczny** – odpad o określonych rozmiarach minimalnych oraz fizycznych i mechanicznych właściwościach, które zapewniają jego całość w ciągu określonego czasu, uzyskiwany w procesie przetwarzania odpadów poprzez ich stabilizację i zestalanie.

**1.2.2 Partia** – określona ilość jakościowo jednolitej masy odpadów monolitycznych, wytworzona w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie w okresie co najwyżej 6 kolejnych dni roboczych, ewentualnie oddzielonych dniami wolnymi od pracy, w skład której wchodzi wytworzone serie odpadów z tego okresu.

**1.2.3 Seria** - określona liczba jakościowo jednolitych odpadów monolitycznych, wytworzona w okresie jednego dnia pracy instalacji stabilizacji i zestalania. W ZTUOK w Koninie wielkość powierzchni jednej warstwy serii wytworzonych odpadów monolitycznych wynosi ok. 500 m<sup>2</sup>.

**1.2.4 Próbką** – jedna sztuka lub określona liczba sztuk monolitycznego odpadu, pobrana wg normy Erbud ZN - 01, ograniczona w sposób fizyczny. W ZTUOK w Koninie wyznacza tę liczbę blat, służący do umieszczenia odpadu monolitycznego w regałach magazynowych, w których prowadzony jest proces dojrzewania stabilizowanych i zestalonych odpadów. W przypadku pobierania próbek z gotowych jednostek opakowaniowych odpadów monolitycznych, przygotowanych do przekazania do składowania może to być paleta transportowa (co należy wyraźnie zaznaczyć w protokole poboru prób).

**1.2.5 Próbką pierwotną** – jednostkowa liczba odpadu monolitycznego pobrana jednorazowo z badanej serii, pobrana według normy Erbud ZN - 01 (planu poboru próbek). W ZTUOK w Koninie jest to taka liczba odpadów monolitycznych, która mieści się na jednym blacie, służącym do ułożenia odpadów monolitycznych w regałach magazynowych hali



**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

dojrzewalni, jednak nie mniej niż 12 szt. odpadów monolitycznych. Przy wyborze losowego czasu pobrania próbki (ustalonego jako pełna godzina zegarowa od 1 do 7), należy posłużyć się tabelą liczb losowych dla zbioru 7 elementowego kolejnych liczb naturalnych.

**1.2.6 Próbka jednostkowa** (inaczej złożona lub końcowa) – liczba pobranych próbek pierwotnych wg normy Erbud ZN - 01, zachowująca cechy indywidualne zbioru próbek, obejmujących dwa blaty z dwóch wybranych losowo godzin produkcji jednej serii.

**1.2.7 Próbka do badań** – w warunkach ZTUOK w Koninie jest to próbka jednostkowa. Zawiera minimum 24 szt. odpadów monolitycznych umieszczonych na dwóch blatach.

**1.2.8 Próbka analityczna – pobrana wg normy Erbud ZN - 01** wybrana (zawsze losowo) z próbki do badań para odpadów monolitycznych, z których jedna kostka pochodzi z pierwszego blatu a druga z tego samego miejsca na drugim blacie. Wybór miejsc pobrania par odpadów monolitycznych odbywa się w drodze losowania. Miejsca te należy ponumerować aby zapewnić ich jednoznaczną identyfikację. Łącznie jest wybieranych 6 lub więcej par odpadów monolitycznych do badania poszczególnych parametrów. Odpady monolityczne pozostają na blatach do czasu badania.

**1.2.9 Próbka magazynowa/archiwalna** pobrana wg normy Erbud ZN - 01-umieszczona na jednym blacie - uzyskana z próbki do badań jako jej pozostała część (po pobraniu próbek analitycznych), przekazywana do archiwum ZTUOK w Koninie. Przeznaczona do ewentualnych badań rozjemczych lub arbitrażowych.

**1.2.10 Blat laboratoryjny podręczny** - powierzchni 50 x 60 cm na maksimum 12 szt. próbek odpadów.

**1.2.11. Plan badania** – przepis podający warunki stosowania normalnego, uproszczonego i zaostrzonego poziomu kontroli. O wyborze lub zmianie określonego poziomu kontroli decyduje Zakładowy Specjalista ds. Jakości ZTUOK na podstawie ilości wyników pozytywnych lub negatywnych wg poniższych wytycznych.

**1.2.12. Poziom kontroli normalny**

Stosuje się wraz z rozpoczęciem eksploatacji instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK.

Przejęcie z trybu kontroli normalnej na tryb kontroli uproszczonej następuje w przypadku jeżeli w kontroli normalnej uzyskano 10 kolejnych wyników pozytywnych pełnego testu zgodności.



**1.2.13. Poziom kontroli uproszczony (odpowiada połowie kontroli normalnej).**

Stosuje się do pierwszego wyniku negatywnego, jeżeli produkcja staje się nieregularna lub występują inne okoliczności uzasadniające taką decyzję.

**1.2.14. Poziom kontroli zaostrzony (odpowiada dwukrotnie wzmożonej kontroli normalnej).**

Przejsście z kontroli normalnej na kontrolę zaostrzoną następuje jeżeli w kontroli normalnej z 5-ciu kolejnych wyników co najmniej 2 wyniki, w dowolnej kolejności są negatywne. Powrót do trybu kontroli normalnej następuje, jeżeli 5 kolejnych wyników jest pozytywnych.

**2. Przeprowadzenie testu zgodności.**

Przeprowadzenie testu zgodności polega na porównaniu i ocenie zgodności uzyskanych wartości wyników oznaczeń fizyczno – chemicznych składników zanieczyszczeń wyciągu wodnego z maksymalnymi wartościami dla poszczególnych wskaźników określonych w odpowiednich przepisach prawa.

Dla procesów dynamicznego wymywania z monolitycznych odpadów w dniu edycji niniejszej normy nie ma takich uregulowań prawnych zarówno w Polsce jak i w innych krajach UE.

Testy dynamiczne mają za zadanie udowodnić, że proces wymywania potwierdza stabilność procesu zestalania czyli, że w miarę upływu czasu intensywność wymywania ustala się lub zmniejsza.

W najnowszej normie EN 15863:2015 podjęto próbę wprowadzenia współczynników, które porównują stężenia wymywanych związków w kolejnych cyklach i jeśli następuje zmniejszenie tego stężenia to oznacza, że proces ustaje.

Zasadniczym celem testu dynamicznego wg normy ERBUD ZN – 03 jest stwierdzenie czy intensywność procesu wymywania w miarę upływu czasu zmniejsza się, zwiększa się czy też nie ulega zmianie.

Informacje te pozwalają na ocenę skuteczności technologii i rozwiązań technicznych instalacji stabilizacji i zestalania odpadów oraz ewentualnej potrzebie dodatkowych inżynierskich zabezpieczeń środowiska przed wygenerowanymi odpadami.



### **3. Powołania normatywne.**

PN-EN 12920  
PN-EN 14429  
PN-EN 12457-4  
PN-EN 12457-1,2  
EN 15863:2015  
CEN / TS 14405  
CEN / TS 16637-2  
CEN / TS 15862  
CEN / TS 15864  
US EPA 1315 (SW846)

### **4. Zasada prowadzenia badania dynamicznego procesu wymywania.**

Badanie dynamicznego procesu wymywania substancji z monolitycznego materiału próbki lub próbek odpadów polega na doprowadzeniu do kontaktu próbki/próbek z cieczą wymywającą w sposób określony niniejszą normą.

Badanie prowadzi się równocześnie na dwóch takich samych stanowiskach i warunkach procesowych.

Napływ cieczy wymywającej prowadzony jest w sposób ciągły z natężeniem odniesionym do pola powierzchni próbki. [ $0,5 \text{ cm}^3/(\text{cm}^2 \times \text{h})$ ].

Materiał próby jest doprowadzany do kontaktu z przepływającą cieczą wymywającą w określonych stałych warunkach. Składniki materiału próbki są w naturalny sposób ekstrahowane.

Niniejsza norma oparta jest na założeniu, że podczas trwania wymywania utrzymywane są następujące stałe warunki procesowe:

- typ cieczy wymywającej: woda destylowana (5.7.)
- czas kontaktu próbki z cieczą wymywającą (5.8.) [godz.]
- całkowity czas prowadzenia tego procesu nie mniej niż 14 dób (336 godz.)
- temperatura: (20 -25)°C
- warunki hydrauliczne procesu - laminarne
- natężenie przepływu cieczy wymywającej przez komorę procesową w odniesieniu do powierzchni próbki [ $0,5 \text{ cm}^3/\text{cm}^2 \text{ godz.}$ ]. - wskaźnik  $W_j$  [ $\text{cm}^3/\text{cm}^2$ ] (5.8.)

Kolejne porcje wyciągu wodnego, odpływające z komory procesowej, w określonych przedziałach czasowych zbierane są do dwóch pojemników poj.  $1\ 000 \text{ cm}^3$  każdy (5.16) i przekazywane do akredytowanego laboratorium w celu dokonania oznaczeń składników chemicznych. Z uwagi na bardzo małą ilość roztworu w pierwszej porcji ( $T_2$ ) dopuszcza się pobór do pojemników  $1000 \text{ cm}^3$  i  $500 \text{ cm}^3$ . Niewielką porcję wyciągu, niezbędną



**Zakładowa Norma ERBUD ZN – 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

do określenia odczynu i przewodności elektrycznej w Laboratorium ZTUOK, pobiera się do małego pojemnika.

Wartości wskaźników fizyczno – chemicznych wyciągu wodnego są oznaczane metodami opracowanymi do analizy wody i ścieków.

Obowiązkowo dynamiczny proces wymywania wykonuje się 1 raz na 12 miesięcy.

### **5. Aparatura i odczynniki.**

Szkło laboratoryjne powszechnie używane oraz:

**5.1. Pojemnik na ciecz wymywająca (5.7.)** o pojemności 100 l ( PE, PEHD, szkło, PCV itp. ) z zaworem spustowym, zamknięciem szczelnym, odpowietrzeniem i przejściem na ssawny wężyk pompy perystaltycznej;

**5.2 Komora do wymywania (2 szt.)** – stanowi naczynie prostopadłościenne (z możliwością zabezpieczenia przed światłem słonecznym), wykonane z obojętnego chemicznie przezroczystego materiału (szkło, polimetakrylan, poliwęglan) z pokrywą z przejściem do zamknięcia wodnego, o wymiarach: szerokość 14 cm x długość 14 cm x wysokość 30 cm, pozwalające na umieszczenie monolitycznej próbki o wymiarach 10 cm x 10 cm x 15 cm ( $\pm$  2 cm), ułożonej na niekorozyjnym stelażu 8 cm nad dnem, w taki sposób, aby kostka nie stykała się ze ściankami naczynia (odstęp 2 cm). Komora posiada:

- szczelne przykrycie z zainstalowanym w najwyższym jej punkcie króćcem do odgazowania,
- dolny króciec z zaworkiem (spustowo – wlotowym) usytuowanym w najniższym miejscu,
- króciec górny przelewowego odpływu wyciągu wodnego na wysokości ok. 22 cm od dna, co zapewnia, że warstwa cieczy nad próbką wyniesie co najmniej 2 cm;

**5.3. Stelaż** wykonany z niemagnetycznego materiału, nie ulegającemu korozji przeznaczony do umieszczania próbki (1.2.4.) w komorze do prowadzenia procesu wymywania (5.2.) ok. 8 cm nad dnem naczynia (tak, aby mieszadło mogło swobodnie rotować wymuszając laminarny opływ próbki cieczą wymywającą);

**5.4. Butle – odbieralniki wyciągu wodnego** o pojemności 20,0 dm<sup>3</sup> - szt. 10;

**5.5. Kolba/butla** – zamknięcia gazowego komory do wymywania – „zamknięcie wodne”;

**5.6. Pompa perystaltyczna** o wydajności od 1 do 70 cm<sup>3</sup>/min;



Zakładowa Norma ERBUD ZN - 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie

**5.7 Ciecz do wymywania** - woda destylowana, woda demineralizowana lub woda o równoważnej czystości o przewodności  $<0,05$  mS/m;

**5.8. Wskaźnik ( $W_j$ ) jednostkowej objętości cieczy wymywającej na powierzchnię próbki i czas procesu wymywania.**

Dla czasu procesu wymywania  $T_w$  [godz.]

$$W_j = 0,5 \times P_{Ci} \times T_w \quad (1)$$

**5.9. Jednorazowa objętość cieczy do wymywania ( $V_j$ )** potrzebna do wykonania pojedynczego procesu wymywania oblicza się z wzoru:

$$V_j = 1,1 \times P_{Ci} \times W_j \times T_w / 1000 \text{ cm}^3 \text{ [ dm}^3 \text{]} \quad (2)$$

gdzie:

$P_{Ci}$  - powierzchnia całkowita i-tej próbki [  $\text{cm}^2$  ]

dla próbki o wymiarach (10x10x15)  $P_{Ci} = 800 \text{ cm}^2$

$W_j$  - Wskaźnik jednostkowej objętości cieczy wymywającej [ $\text{cm}^3 / \text{cm}^2 \text{ godz.}$ ]

$T_w$  - czas prowadzenia procesu wymywania [ godz. ];

**5.10 Pehametr 0-14 z jednoczesnym pomiarem temperatury;**

**5.11 Konduktometr ze skalą TDS, z kompensacją temperatury;**

**5.12 Waga techniczna** - do 30 kg  $\pm$  10 g;

**5.13 Cylinder pomiarowy stojący 1000  $\text{cm}^3$**  z dokładnością  $\pm 1\%$ ;

**5.14 Wzorce pH;**

**5.15 Wzorce TDS do konduktometru;**

**5.16 Pojemnik z tworzywa pojemności 0,5  $\text{dm}^3$**  - 2 szt.;

**5.16 Pojemnik z tworzywa poj. 1  $\text{dm}^3$**  - 5 poborów po 2 szt. = 10 szt.;

**5.17 Pojemnik z tworzywa poj. 5  $\text{dm}^3$**  - 5 poborów po 1 szt. = 5 szt.;

**5.18 Suwmiarka;**

**5.19 Mieszadło magnetyczne, z prędkością rotacji ok. 120 obr./min.**





## 6. Procedura

Powierzchnie próbki wybranej wg normy Erbud ZN - 01 oczyszczamy sprężonym powietrzem, ważymy, a następnie dokonujemy obmiaru koniecznego do obliczenia jej powierzchni całkowitej ( $P_{ci}$ ) w  $[cm^2]$ .

Próbkę po zważeniu i obmiarach do obliczeń powierzchni  $P_{ci}$   $[cm^2]$  umieszcza się w stelażu (5.3.) i wkłada do komory wymywania (5.2.) zwracając uwagę, aby nie uszkodzić powierzchni próbki.

W podobny sposób postępujemy z drugą próbka.

### Uwaga:

Proces wymywania przeprowadzamy dla dwóch osobnych próbek równolegle, na osobnych stanowiskach.

Ciecz wymywającą potrzebną do przeprowadzenia pełnego cyklu procesowego gromadzimy w pojemniku (5.1.) podłączonym do pompy perystaltycznej (5.6.).

Pompę perystaltyczną (5.6.) podłączamy do dolnego zaworu (spustowego) komory wymywania (5.2.), ustalając natężenie przepływu cieczy wymywającej podawanej przez pompę ( $L_p$ )  $[cm^3/h]$  wg wzoru:

$$L_p = 0,5 \times P_{ci} \quad (cm^3/godz.) \quad (3)$$

gdzie:

$L_p$  - natężenie dopływu cieczy wymywającej,  $[cm^3/godz.]$

$P_{ci}$  - pole powierzchni i-tej próbki,  $[cm^2]$

Rozpoczynając proces komorę do wymywania (5.2.) napelniamy taką objętością cieczy ( $V_z$ ), aby próbka była całkowicie przykryta, a poziom cieczy był co najmniej 2 cm nad powierzchnią próbki.

Proces wymywania rozpoczynamy natychmiast po zalaniu próbki.

Włączamy mieszadło magnetyczne.

W trakcie procesu wymywania naczynie musi być przykryte „zamknięciem wodnym”.

Ciecz wypływająca z komory po procesie wymywania zbieramy do osobnego naczynia.



Zakładowa Norma ERBUD ZN - 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

**Uwaga**

Próby do oznaczeń fizykochemicznych w laboratorium akredytowanym oraz próby do oznaczenia odczynu oraz przewodności elektrycznej w laboratorium ZTUOK należy pobierać (licząc od chwili zalania kostki) po:

- 2 godzinach, ( $T_2$ ) +/- 5%
- 22 godzinach, - ( $T_{22}$ ) +/- 5%
- 54 godzinach, - ( $T_{54}$ ) +/- 5%
- 192 godzinach - ( $T_{192}$ ) +/- 5%
- 336 godzinach - ( $T_{336}$ ) +/- 5%

od początku testu.

**Uwaga:**

Korzystnie jest rozpocząć proces wymywania w poniedziałek lub wtorek lub środę.

Po zgromadzeniu w odbieralniku ok. 2,0 dm<sup>3</sup> ( dla pierwszej porcji 1500 cm<sup>3</sup> z dwóch zestawów wymywania) z niewielkim nadmiarem, odłączamy odbieralnik, podstawiając jednocześnie nowy, odczekujemy każdorazowo 1 godzinę w celu zdekantowania roztworu i napełniamy („pod korek”) klarowną cieczą dwa naczynia o pojemności 1,0 dm<sup>3</sup> opisując każdy pojemnik oraz niewielki pojemnik do oznaczeń odczynu i przewodności elektrycznej.

Roztwór z każdego z pojemników przeznaczony jest do niezwłocznych oznaczeń w fizykochemicznych w laboratorium ZTUOK oraz oznaczeń w zewnętrznym laboratorium posiadającym stosowne akredytacje PCA.

Kolejne porcje pobieramy podobnie starając się aby w odbieralniku do pobrania próbki z danej porcji zgromadziło się ponad 2 dm<sup>3</sup> wyciągu.

W wyciągu wodnym, w laboratorium zakładowym, dokonujemy pomiaru odczynu i przewodności elektrycznej. Zaleca się aby pomiary te były wykonane niezwłocznie po pobraniu.



## **7. Obliczenia**

Wyniki końcowe procesu wymywania są wyrażane jako:

**Wymyta ilość składnika ( $r_i$ ), w kolejnej porcji „i” w odniesieniu do całkowitej powierzchni próbki/próbek [ $\text{mg}/\text{m}^2$ ] wg wzoru:**

$$r_i = 10 \times c_i \times L_c / P_c \quad [\text{mg}/\text{m}^2] \quad (4)$$

gdzie:  $r_i$  – uwolniona ilość składnika w kolejnej porcji [ $\text{mg}/\text{m}^2$ ];  
 $c_i$  – stężenie wymytego składnika w kolejnej porcji [ $\text{mg}/\text{dm}^3$ ];  
 $L_c$  – całkowita objętość cieczy wymywającej w pojedynczym cyklu [ $\text{dm}^3$ ];  
 $P_c$  – powierzchnia całkowita próbki [ $\text{cm}^2$ ];

**Całkowitą (skumulowaną) ilość  $R$  [ $\text{mg}/\text{m}^2$ ] wymytego składnika w czasie testu obliczyć wg wzoru:**

$$R = r_1 + r_2 + \dots + r_n, \quad (5)$$

gdzie:

- $n = 5$
- $r_i$  – uwolniona ilość składnika w kolejnej porcji [ $\text{mg}/\text{m}^2$ ];

## **8. Tożsamość partii i serii**

Przed przystąpieniem do pobierania próbek należy ustalić tożsamość partii.

W tym celu należy ustalić i zapisać w metryczce datę, godzinę poboru, ewentualną cechę powiązaną z aktualnym procesem technologicznym.

W wyborze godziny poboru próby, która powinna być ustalona losowo, można posłużyć się tabelą liczb losowych.

Pracownik laboratorium (również losowo) wybiera dwie godziny w których nastąpi pobranie próbek pierwotnych, po czym sam lub osoba upoważniona pobiera próbki w wybranym dniu o ustalonych godzinach (w dowolnym momencie ich trwania), zapelnia dwa blaty i przekazuje je do pomieszczenia przyjęcia prób laboratorium, nanosząc na etykietę blatu przewidziane informacje.

### **Uwaga:**

**Umieszczanie (mieszanie) na jednym blacie próbek, pochodzących z różnych serii jest niedopuszczalne.**



**Zakładowa Norma ERBUD ZN - 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

Próbki pierwotne (blaty), jak również odpady monolityczne na nich umieszczone, pozostawia się w spokoju przez okres kolejnych 7 dni od ich wytworzenia (posługując się informacją o dacie, umieszczonej na etykiecie, przymocowanej do podstawy/blatu), kiedy losuje się i wybiera odpady monolityczne, stanowiące pierwsze próbki analityczne.

### **9. Sposób pobierania pozostałych próbek**

W pomieszczeniu przyjęcia prób laboratorium ZTUOK w Koninie, pracownik laboratorium, posługując się ewentualnie narzędziami lub innym sprzętem, ręcznie pobiera do kolejnych badań próbki analityczne (1.2.8.)

W celu uniknięcia pomyłek każdy zestaw odpadów monolitycznych należy zdejmować z blatów bezpośrednio przed badaniem.

Pozostałe blaty można/należy w tym momencie zawrócić do hali dojrzwania, dołączając je do właściwej partii odpadów monolitycznych.

### **10. Zabezpieczenie próbek**

Wszystkie próbki przechowywane są w wydzielonej, zamykanej części pomieszczenia laboratorium lub archiwum ZTUOK w Koninie.

### **11. Okres przechowywania próbek**

Z uwagi na wymagania, dotyczące stabilności i niereaktywności odpadów monolitycznych, należy próbki archiwalne przechowywać przez okres co najmniej 15 miesięcy od daty ich wytworzenia. Próbki, które w trakcie badań ulegną zasadniczo uszkodzeniu lub zniszczeniu, należy usunąć z laboratorium (można je zawrócić, po skruszeniu, do procesu produkcji). Pozostałe, niewykorzystane odpady monolityczne należy przetrzymać przez okres 1,5 miesiąca jako ewentualną rezerwę na wykonanie powtórzeń badań, po czym również usunąć.

### **12. Warunki przechowywania próbek w archiwum**

Próbki archiwalne, przeznaczone do ewentualnych badań arbitrażowych, należy przechowywać w ciemnym i suchym pomieszczeniu, chronionym przed dużymi wahaniami temperatury ( $15 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ).



### **13. Protokoły poboru próbek**

W dniu pobierania próbek pierwotnych należy sporządzić protokół pobrania próbki jednostkowej, zawierający wszystkie dane z kolejnych etykiet, w tym:

- datę pobrania próbek pierwotnych i oznaczenie serii,
- nazwisko osoby pobierającej próbki pierwotne,
- inne, powiązane dane technologiczne lub uwagi, podane przez personel obsługi instalacji,
- potwierdzenie przyjęcia próbki jednostkowej przez pracownika laboratorium.

Po przyjęciu próbki jednostkowej i dokonaniu losowania/wyboru odpadów monolitycznych, które utworzą próbkę do badań, pracownik laboratorium sporządza protokół pobrania próbki do badań, zawierający m.in.:

- nr pól na blatach, które zostały wybrane do badań (od daty pobrania próbek pierwotnych);
- powiązany z nr pola rodzaj badania (oznaczenie wilgotności odpadu monolitycznego, porcjowy test wymywania po 7 dniach, porcjowy test wymywania po 28 dniach, badania wytrzymałościowe po 28 dniach).

Na podstawie tych zapisów, po upływie określonego czasu, odpady monolityczne są zdejmowane z blatów i poddawane badaniom.

### **14. Protokoły przekazania próbek uzyskanych wyciągów do akredytowanego przez PCA laboratorium.**

Protokół przekazania próbki powinien zawierać:

- Oznaczenie partii/serii i datę pobrania próbki do badań;
- Oznaczenie rodzaju testu: np. DTW wg ZN-03/ nr..../..mc/...rok;
- Nr frakcji ( z podaniem czasu [godz.]);
- Oznaczonego odczynu [pH] i przewodności elektrycznej;
- Listę wymaganych oznaczeń ( zalecane jest co najmniej wykonanie oznaczenia TDS i DOC);
- Osobę wykonującą test wymywania i pobierającą próbkę (jeśli są różne);



**Zakładowa Norma ERBUD ZN – 03 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie**

- Adresata przesyłki kurierskiej.(Laboratorium posiadające stosowne akredytacje PCA);
- Dane osoby przekazującej kurierowi przesyłki z próbką;
- Datę i godzinę przekazania kurierowi próbki do badań (godzinę odbioru przez kuriera), numer przesyłki kurierskiej.



Zakładowa Norma ZN – 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie

Zatwierdzam:



**NORMA ZAKŁADOWA:  
ERBUD ZN-04.  
Arkusz 1  
(28.06.2015 r.)**

**Tytuł:**

**Zasady i metodyka sporządzania wyciągów wodnych  
z monolitycznych odpadów  
z instalacji stabilizacji i zestalania  
ZTUOK w Koninie.  
Dynamiczny test wymywania przy okresowej  
wymianie cieczy.**

Autorzy:



KRYSZTOF CZESZKO-SOCHACKI  
KANCELARIA ADWOKACKA

dr inż. Jerzy Ryszard Dobosz  
dr inż. Krzysztof Lorenz

Warszawa, czerwiec 2015 r.



## Zakładowa Norma ZN - 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

### 1. Wstęp

#### 1.1 Przedmiot normy

Przedmiotem normy są zasady i metodyka oznaczenia dynamicznego wymywania dla zestalanej monolitycznej próby odpadów w postaci prostopadłościennych bloczków o wymiarach około 100 mm x 100 mm x 150 mm ( $\pm 20$  mm) i powyżej, jednak o całkowitej masie nieprzekraczającej 15,0 kg, wytwarzanych w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie.

#### 1.2 Terminy/określenia i definicje

**1.2.1 Odpad monolityczny** – odpad o określonych rozmiarach minimalnych oraz fizycznych i mechanicznych właściwościach, które zapewniają jego całość w ciągu określonego czasu, uzyskiwany w procesie przetwarzania odpadów poprzez ich stabilizację i zestalanie.

**1.2.2 Partia** – określona ilość jakościowo jednolitej masy odpadów monolitycznych, wytworzona w instalacji stabilizacji i zestalania ZTUOK w Koninie w okresie co najwyżej 6 kolejnych dni roboczych, ewentualnie oddzielonych dniami wolnymi od pracy, w skład której wchodzi wytworzone serie odpadów z tego okresu.

**1.2.3 Seria** – określona liczba jakościowo jednolitych odpadów monolitycznych, wytworzona w okresie jednego dnia pracy instalacji stabilizacji i zestalania. W ZTUOK w Koninie wielkość powierzchni jednej warstwy serii wytworzonych odpadów monolitycznych wynosi ok. 500 m<sup>2</sup>.

**1.2.4 Próbkę** – jedna sztuka lub określona liczba sztuk monolitycznego odpadu, pobrana wg normy Erbud ZN – 01, ograniczona w sposób fizyczny. W ZTUOK w Koninie wyznacza tę liczbę blat, służący do umieszczenia odpadu monolitycznego w regałach magazynowych, w których prowadzony jest proces dojrzewania stabilizowanych i zestalonych odpadów. W przypadku pobierania próbek z gotowych jednostek opakowaniowych odpadów monolitycznych, przygotowanych do przekazania do składowania może to być paleta transportowa (co należy wyraźnie zaznaczyć w protokole poboru prób).

**1.2.5 Próbkę pierwotną** – jednostkowa liczba odpadu monolitycznego pobrana jednorazowo z badanej serii, pobrana według normy Erbud ZN – 01 (planu poboru próbek). W ZTUOK w Koninie jest to taka liczba odpadów monolitycznych, która mieści się na jednym blacie, służącym do ułożenia odpadów monolitycznych w regałach magazynowych hali dojrzewalni, jednak nie mniej niż 12 szt. odpadów monolitycznych.





## Zakładowa Norma ZN – 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK w Koninie

Przy wyborze losowego czasu pobrania próbki (ustalonego jako pełna godzina zegarowa od 1 do 7), należy posłużyć się tabelą liczb losowych dla zbioru 7 elementowego kolejnych liczb naturalnych.

- 1.2.6 Próbka jednostkowa** (inaczej: złożona lub końcowa) – liczba pobranych próbek pierwotnych wg normy Erbud ZN – 01, zachowująca cechy indywidualne zbioru próbek, obejmujących dwa blaty z dwóch wybranych losowo godzin produkcji jednej serii.
- 1.2.7 Próbka do badań** – w warunkach ZTUOK w Koninie jest to próbka jednostkowa. Zawiera minimum 24 szt. odpadów monolitycznych umieszczonych na dwóch blatach.
- 1.2.8 Próbka analityczna – pobrana wg normy Erbud ZN – 01** wybrana (zawsze losowo) z próbki do badań para odpadów monolitycznych, z których jedna kostka pochodzi z pierwszego blatu a druga z tego samego miejsca na drugim blacie. Wybór miejsc pobrania par odpadów monolitycznych odbywa się w drodze losowania. Miejsca te należy ponumerować aby zapewnić ich jednoznaczną identyfikację. Łącznie jest wybieranych 6 lub więcej par odpadów monolitycznych do badania poszczególnych parametrów. Odpady monolityczne pozostają na blatach do czasu badania.
- 1.2.9 Próbka magazynowa/archiwalna** pobrana wg normy Erbud ZN – 01- umieszczona na jednym blacie - uzyskana z próbki do badań jako jej pozostała część (po pobraniu próbek analitycznych), przekazywana do archiwum ZTUOK w Koninie. Przeznaczona do ewentualnych badań rozjemczych lub arbitrażowych.
- 1.2.10 Blat laboratoryjny podręczny** - powierzchni 50 x 60 cm na maksimum 12 szt. próbek odpadów.
- 1.2.11. Plan badania** – przepis podający warunki stosowania normalnego, uproszczonego i zaostrzonego poziomu kontroli. O wyborze lub zmianie określonego poziomu kontroli decyduje Zakładowy Specjalista ds. Jakości ZTUOK na podstawie ilości wyników pozytywnych lub negatywnych wg poniższych wytycznych.
- 1.2.12. Poziom kontroli normalny**  
Stosuje się wraz z rozpoczęciem eksploatacji instalacji stabilizacji i zestalania odpadów ZTUOK .  
Przejsięcie z trybu kontroli normalnej na tryb kontroli uproszczonej następuje w przypadku jeżeli w kontroli normalnej uzyskano 10 kolejnych wyników pozytywnych pełnego testu zgodności.



**Zakładowa Norma ZN – 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

---

**1.2.13. Poziom kontroli uproszczony (odpowiada połowie kontroli normalnej).**

Stosuje się do pierwszego wyniku negatywnego, jeżeli produkcja staje się nieregularna lub występują inne okoliczności uzasadniające taką decyzję.

**1.2.14. Poziom kontroli zaostrzony (odpowiada dwukrotnie wzmożonej kontroli normalnej).**

Przejdzie z kontroli normalnej na kontrolę zaostrzoną następuje jeżeli w kontroli normalnej z 5-ciu kolejnych wyników co najmniej 2 wyniki, w dowolnej kolejności są negatywne. Powrót do trybu kontroli normalnej następuje, jeżeli 5 kolejnych wyników jest pozytywnych.

**2. Przeprowadzenie testu zgodności.**

Przeprowadzenie testu zgodności polega na porównaniu i ocenie zgodności uzyskanych wartości wyników oznaczeń fizyczno – chemicznych składników zanieczyszczeń wyciągu wodnego z maksymalnymi wartościami dla poszczególnych wskaźników określonymi w odpowiednich przepisach prawa.

W dniu edycji niniejszej normy nie ma takich uregulowań prawnych zarówno w Polsce jak i w innych krajach UE.

Przeprowadzenie testu zgodności sprowadzać się więc będzie do oceny sprawności zastosowanych metod technologicznych w instalacji stabilizacji i zestalania.

Testy dynamiczne mają za zadanie udowodnić, że proces wymywania potwierdza stabilność procesu zestalania, czyli że w miarę upływu czasu intensywność wymywania ustala się lub zmniejsza.

W normie EN 15863 jest próba wprowadzenia współczynników, które porównują stężenia w kolejnych cyklach i jeśli następuje zmniejszenie tego stężenia to oznacza, że proces wymywania ustaje.

Zasadniczym celem testu dynamicznego wg niniejszej normy, podobnie jak w normie ERBUD ZN – 03 jest stwierdzenie: czy intensywność procesu wymywania w miarę upływu czasu zmniejsza się, zwiększa się, czy też nie ulega zmianie.

Informacje te pozwalają na ocenę skuteczności procesów stabilizacji i zestalania odpadów oraz ewentualnej potrzeby dodatkowych inżynierskich zabezpieczeń środowiska przed wygenerowanymi odpadami.



### **3. Powołania normatywne.**

PN-EN 12920  
PN-EN 14429  
PN-EN 12457-4  
PN-EN 12457-1,2  
CEN / TS 14405  
CEN / TS 16637-2  
CEN / TS 15862  
CEN / TS 15864  
US EPA 1315 (SW846)

### **4. Zasada prowadzenia badania dynamicznego procesu wymywania w trybie okresowym.**

Badanie dynamicznego procesu wymywania z monolitycznego materiału próbki lub próbek odpadów w trybie okresowym polega na doprowadzeniu do kontaktu próbki/próbek z cieczą wymywającą, w czasie którego następuje uwalnianie składników z próbki do kolejnych porcji czystej cieczy wymywającej, w sposób określony niniejszą normą

Badanie odbywa się w co najmniej pięciu cyklach trwających łącznie nie mniej niż 9 dób = 216 godzin.

Niniejsza norma oparta jest na założeniu, że podczas trwania wymywania utrzymywane są następujące stałe warunki procesowe:

- typ cieczy wymywającej: woda destylowana (5.7.)
- wskaźnik  $(L/A)$  [ $\text{cm}^3/\text{cm}^2$ ] (5.8.)
- czas kontaktu próbki z cieczą wymywającą (5.8.) [godz.]
- całkowity czas prowadzenia tego procesu : nie mniej niż 14 dób.
- temperatura:  $(20-25)^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$
- warunki hydrauliczne procesu: statyczny kontakt próbki ze świeżą porcją cieczy, w różnych zmiennych odcinkach czasu.

Materiał próbki jest doprowadzany do kontaktu z cieczą wymywającą w sposób statyczny (jednorazowe zalania) w określonych stałych przedziałach czasowych. Składniki materiału próbki są w naturalny sposób ekstrahowane.

Wyciąg wodny z komory procesowej w określonych przedziałach czasowych odbierany jest do pojemników (5.16) i przekazywany do akredytowanego laboratorium w celu dokonania oznaczeń fizyczno-chemicznych składników pozwalających na przeprowadzenie testu zgodności. Wartości wskaźników fizyczno – chemicznych wyciągu wodnego są oznaczane metodami opracowanymi do analizy wody i ścieków. Obowiązkowo dynamiczny proces wymywania wykonuje się 1 raz na 12 miesięcy.



## **5. Aparatura i odczynniki.**

Szkło laboratoryjne powszechnie używane oraz:

- 5.1. Pojemnik na ciecz wmywającą (5.7.)** o pojemności 100 l ( PE, PEHD, szkło, PCV itp. ) z zaworem spustowym, zamknięciem szczelnym, odpowietrzeniem i przejściem na ssawny wężyk pompy perystaltycznej.
- 5.2 Komora do wmywania (2 szt.)** – stanowi cylindryczne naczynie (z możliwością zabezpieczenia przed światłem słonecznym), wykonane z obojętnego chemicznie przezroczystego materiału (szkło, polimetakrylan, poliwęglan) z pokrywą z przejściem do zamknięcia wodnego, o wymiarach: średnica wewnętrzna 20 cm , wysokość 50 cm, pozwalające na umieszczenie monolitycznej próbki o wymiarach 10 cm x 10 cm x 15 cm  $\pm$  2,0 cm ułożonej na niekorozyjnym stelażu, w taki sposób, aby kostka nie stykała się ze ściankami naczynia. Komora posiada:
- szczelne przykrycie z zainstalowanym w najwyższym jej punkcie króćcem do odgazowania
  - dolny króciec z zaworem (spustowym) – 5 cm nad dnem komory
  - króciec górny przelewowy – 5 cm poniżej górnej krawędzi komory.
- 5.4. Stelaż** wykonany z niemagnetycznego materiału, nie ulegającemu korozji przeznaczony do umieszczania próbki (1.2.4.) w komorze do prowadzenia procesu wmywania (5.2.) ok. 5 cm nad dnem naczynia.
- 5.5. Butle - odbieralniki wyciągu wodnego** o pojemności 2,0 dm<sup>3</sup> - szt. 10
- 5.6. Kolba/butla** – zamknięcia gazowej komory do wmywania – „zamknięcie wodne”
- 5.7. Lej Imhoffa** z kurkiem spustowym, maksymalnej pojemności, ze statywem - szt.5.
- 5.8. Cylinder pomiarowy stojący 1 000 cm<sup>3</sup>** z dokładnością  $\pm$ 1%.
- 5.9. Pompa perystaltyczna** o wydajności od 1 do 100 cm<sup>3</sup>/min.
- 5.10. Suszarka laboratoryjna**, pojemność komory suszenia około 100 dm<sup>3</sup>.
- 5.11. Ciecz do wmywania** – woda destylowana, woda demineralizowana lub woda o równoważnej czystości o przewodności <0,05 mS/m.
- 5.12. Czasy trwania kolejnych okresów wmywania**
- T<sub>cyklu</sub>** – czas prowadzenia procesu wmywania w jednym cyklu [godz.]



**Zakładowa Norma ZN – 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

---

**T<sub>1</sub> cyklu = 6 godz. +/- 15 minut**

**T<sub>2</sub> cyklu = 18 godz. +/- 45 minut**

**T<sub>3</sub> cyklu = 30 godz. +/- 1 godz.**

**T<sub>4</sub> cyklu = 42 godz. +/- 2 godz.**

**T<sub>5</sub> cyklu = 126 godz. +/- 6 godz.**

**5.13 Pehametr 0-14 z jednoczesnym pomiarem temperatury.**

**5.14 Konduktometr ze skalą TDS, z kompensacją temperatury.**

**5.15 Waga techniczna do 30 kg ± 10g.**

**5.16 Cylinder pomiarowy stojący 1000 cm<sup>3</sup> z dokładnością ±1%.**

**5.17 Wzorce pH.**

**5.18 Wzorce TDS do konduktometru.**

**5.19 Pojemnik z tworzywa pojemności 1 dm<sup>3</sup>**

5 poborów po 2 szt. = 10 szt. x liczba testów.

**5.20 Pojemnik z tworzywa pojemności 5 dm<sup>3</sup>**

5 poborów po 1 szt. = 5 szt. x liczba testów.

**5.21 Suwmiarka.**

**5.22. Kulki szklane lub inny materiał obojętny do podnoszenia poziomu cieczy w przypadku mniejszych niż 15,0 cm wysokości próbki.**

## **6. Procedura**

Przed włożeniem wybranej (wg normy ERBUD ZN-01) do komory wmywania, próbkę należy oczyścić sprężonym powietrzem, zważyć i dokonać obmiaru koniecznego do obliczenia powierzchni całkowitej próbki (P<sub>c</sub>),

Obliczyć powierzchnię całkowitą (P<sub>c</sub>) [cm<sup>2</sup>].

P<sub>ci</sub> - powierzchnia całkowita i-tej próbki [ cm<sup>2</sup> ]

dla próbki o wymiarach (10x10x15) P<sub>ci</sub> = 800 cm<sup>2</sup>

Dla pojedynczego cyklu porcja cieczy wmywającej wynosi [cm<sup>3</sup>] wg wzoru:



**Zakładowa Norma ZN – 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

---

$$L = 8 (+/-2) \times P$$

gdzie:

L – ilość cieczy wymywającej w porcji [cm<sup>3</sup>]

P – pole powierzchni próbki, [cm<sup>2</sup>]

**Uwaga 1:**

Standardowo ustalamy ilość cieczy przy użyciu współczynnika liczbowego we wzorze = 8; jeśli stężenia poszczególnych, analizowanych składników wykraczają poza dolną granicę wykrywalności lub górny zakres oznaczeń można zastosować inny współczynnik z przedziału {8 +/- 2}. Wskaźnik L/A = {8 (+/- 2)} wynika z zapisu w normie EN – 15863:2015

Naczynie do wymywania napelniamy obliczoną objętością cieczy (L) jednakową dla kolejnego cyklu tak, aby kostka była całkowicie przykryta, a poziom cieczy był co najmniej 2 cm powyżej górnej powierzchni próbki oraz co najmniej 2,0 cm nad dnem komory.

W celu podniesienia lustra cieczy można użyć kulek szklanych, które wysypujemy do naczynia, aż do spełnienia tego warunku. W trakcie procesu wymywania naczynie musi być połączone z zamknięciem wodnym.

- Pozostawiamy próbkę zalaną cieczą wymywającą na okres 6 godzin (+/- 15 minut) - czas wynikający z pierwszego cyklu badania,
- Odlewamy w całości uzyskany wyciąg wodny,
- Ponownie napelniamy komorę do wymywania obliczoną ilością cieczy (L) i pozostawiamy na okres 18 godzin (+/- 45 minut),
- Po tym czasie odbieramy w całości 2 porcję wyciągu
- 3 Kolejną porcję odbieramy po 30 godzinach +/- 1 godz. testu wymywania,
- 4 Kolejną porcję po 42 godzinach +/- 2 godz. wymywania,
- 5 Kolejną porcję po 126 godzinach +/- 6 godz. wymywania.

Łączny czas trwania testu powinien trwać 9 dób (+/- 10 godzin).



**Zakładowa Norma ZN – 04 dla instalacji stabilizacji i zestalania odpadów  
ZTUOK w Koninie**

Jeśli prowadzimy test w osobnych komorach wymywania (standardowo w dwóch równoległych) roztwory z obu urządzeń, po pomiarach pH i przewodności elektrycznej, można łączyć.

Próby do badań fizykochemicznych (pH oraz przewodność elektryczna) należy pobierać bezpośrednio po odebraniu cieczy z naczynia do wymywania.

Próbki przekazywane do dalszych badań pobieramy z pozostałego roztworu i napełniamy leje Imhoffa, następnie klarowną cieczą napełniamy 2 pojemniki (pod korek) objętości 1,0 dm<sup>3</sup>, opisując każdy pojemnik.

**Uwaga 2:**

Jeżeli zajdzie potrzeba wykonania kolejnych porcji wymywania, wykonujemy je po: 168 godzinach (6 porcja), po 480 godzinach (7 porcja) i po 672 godzinach (8 porcja).

**Uwaga 3:**

Jeżeli zachodzi potrzeba określenia całkowitego ubytku masy próbki po zakończeniu badania, wykonujemy je po ostatniej porcji, uprzednio susząc próbkę do stałej masy, w temperaturze 40° C (stan powietrzno-suchy).

## **7. Obliczenia**

Wyniki końcowe są wyrażane jako:

- wymyta ilość masy składnika ( $r_i$ ), w kolejnej porcji „i” w odniesieniu do całkowitej powierzchni próbki/próbek [mg/m<sup>2</sup>] wg wzoru:

$$r_i = 10 \times c_i \times L / P_c$$

gdzie:  $r_i$  – uwolniona ilość składnika w kolejnej porcji [mg/m<sup>2</sup>];  
 $c_i$  – stężenie wymytego składnika w kolejnej porcji [mg/dm<sup>3</sup>];  
 $L$  – całkowita objętość cieczy wymywającej w pojedynczym cyklu [dm<sup>3</sup>];  
 $P_c$  – powierzchnia próbki [cm<sup>2</sup>];

- całkowita (skumulowana) ilość wymytego składnika w czasie testu ( $R$ ) [mg/m<sup>2</sup>] wg wzoru:

$$R = r_1 + r_2 + \dots + r_n, \text{ gdzie } n = 5 \text{ lub } 8 \text{ (w zależności od liczby okresów pomiarowych)}$$



## **8. Tożsamość partii i serii**

Przed przystąpieniem do pobierania próbek należy ustalić tożsamość partii.

W tym celu należy ustalić i zapisać w metryczce datę, godzinę poboru, ewentualną cechę powiązaną z aktualnym procesem technologicznym.

W wyborze godziny poboru próby, która powinna być ustalona losowo, można posłużyć się tabelą liczb losowych.

Pracownik laboratorium (również losowo) wybiera dwie godziny w których nastąpi pobranie próbek pierwotnych, po czym sam lub osoba upoważniona pobiera próbki w wybranym dniu o ustalonych godzinach (w dowolnym momencie ich trwania), zapelnia dwa blaty i przekazuje je do pomieszczenia przyjęcia prób Laboratorium, nanosząc na etykietę blatu przewidziane informacje.

### **Uwaga:**

**Umieszczanie (mieszanie) na jednym blacie próbek**, pochodzących z różnych serii jest niedopuszczalne.

Próbki pierwotne (blaty), jak również odpady monolityczne na nich umieszczone, pozostawia się w spokoju przez okres kolejnych 7 dni od ich wytworzenia (posługując się informacją o dacie, umieszczoną na etykiecie, przymocowanej do podstawy/blatu), kiedy losuje się i wybiera odpady monolityczne, stanowiące pierwsze próbki analityczne.

## **9. Sposób pobierania pozostałych próbek**

W pomieszczeniu przyjęcia prób Laboratorium ZTUOK w Koninie, pracownik Laboratorium, posługując się ewentualnie narzędziami lub innym sprzętem, ręcznie pobiera do kolejnych badań próbki analityczne (1.2.8.)

W celu uniknięcia pomyłek każdy zestaw odpadów monolitycznych należy zdejmować z blatów bezpośrednio przed badaniem.

Próbki analityczne do kolejnych badań, (minimum z dwóch wylosowanych blatów) składające się z minimum dwóch próbek odpadów monolitycznych, pochodzących z tego samego miejsca na obu blatach, tworzących próbkę do badań.

Pozostałe blaty można/należy w tym momencie zawrócić do hali dojrzewania, dołączając je do właściwej partii odpadów monolitycznych.





## **10 Zabezpieczenie próbek**

Wszystkie próbki przechowywane są w wydzielonej, zamykanej części pomieszczenia Laboratorium lub archiwum ZTUOK w Koninie.

### **11. Okres przechowywania próbek**

Z uwagi na wymagania, dotyczące stabilności i niereaktywności odpadów monolitycznych, należy próbki archiwalne przechowywać przez okres co najmniej 15 miesięcy od daty ich wytworzenia. Próbki, które w trakcie badań ulegną zasadniczo uszkodzeniu lub zniszczeniu, należy usunąć z laboratorium (można je zawrócić, po skruszeniu, do procesu produkcji). Pozostałe, niewykorzystane odpady monolityczne należy przetrzymać przez okres 1,5 miesiąca jako ewentualną rezerwę na wykonanie powtórzeń badań, po czym również usunąć.

### **12. Warunki przechowywania próbek w archiwum**

Próbki archiwalne, przeznaczone do ewentualnych badań arbitrażowych, należy przechowywać w ciemnym i suchym pomieszczeniu, chronionym przed dużymi wahaniami temperatury ( $15 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ).

### **13. Protokoły poboru próbek**

W dniu pobierania próbek pierwotnych należy sporządzić protokół pobrania próbki jednostkowej, zawierający wszystkie dane z kolejnych etykiet, w tym:

- datę pobrania próbek pierwotnych i oznaczenie serii,
- nazwisko osoby pobierającej próbki pierwotne,
- inne, powiązane dane technologiczne lub uwagi, podane przez personel obsługi instalacji,
- potwierdzenie przyjęcia próbki jednostkowej przez pracownika Laboratorium.

Po przyjęciu próbki jednostkowej i dokonaniu losowania/wyboru odpadów monolitycznych, które utworzą próbkę do badań, pracownik Laboratorium sporządza protokół pobrania próbki do badań, zawierający m.in.:

- nr pól na blatach, które zostały wybrane do badań (od daty pobrania próbek pierwotnych);
- powiązany z nr pola rodzaj badania (oznaczenie wilgotności odpadu monolitycznego, porcjowy test wmywania po 7 dniach,
- porcjowy test wmywania po 28 dniach,
- badania wytrzymałościowe po 28 dniach).

