

# Metodika stanovení kyselinové neutralizační kapacity v pevných odpadech

## 1 Princip

Principem zkoušky je stanovení pH vodného výluhu při různých přídavcích kyseliny dusičné nebo hydroxidu sodného a následné stanovení pH, které ukazuje schopnost vzorku reagovat s kyselinou resp. hydroxidem.

## 2 Činidla

2.1 destilovaná voda – pro stopovou analýzu

2.2 kyselina dusičná 65% (p.a.) – 14,3 mol/l

2.3 NaOH (p.a.) – 5 mol/l

## 3 Laboratorní nádobí a náčiní

3.1 PE nebo PP lahve s dobře těsnícími víčky – objem 500 ml

3.2 skleněné lahve se zábrusovým víčkem – objem 2l

3.3 odměrný válec

3.4 pipety

3.5 váženka

## 4 Laboratorní přístroje

4.1 laboratorní předvážky

4.2 analytické váhy

4.3 pH metr

4.4 třepačka (nejlépe typu „hlava-pata“)

4.5 sušárna s nastavitelnou teplotou

## 5 Postup zkoušky

### *5.1 Stanovení sušiny dle ČSN ISO 11465*

Do váženky se zábrusovým víčkem se naváží 1-5 g vzorku. Při 105°C je vzorek sušen do konstantní hmotnosti. Výpočet sušiny se provádí dle vzorce (1).

Výpočet sušiny

$$DR = 100 \times \frac{M_D}{M_W} \quad (1)$$

DR – podíl sušiny [%]

$M_D$  – hmotnost vysušeného vzorku [g]

$M_W$  – navážka původního vzorku [g]

### 5.2 Výpočet navážky a objemu destilované vody – přirozené pH

Pro ideální vzorek, kdy je sušina 100 %, je navážka pro testovací vzorek 100 g a objem přidané vody 900 ml. Pro reálné vzorky je třeba provést přepočítání na reálný vzorek dle vzorců (2) a (3).

Výpočet navážky vzorku

$$M = 100 * \frac{M_T}{DR} \quad (2)$$

M – navážka reálného vzorku [g]

$M_T$  – hmotnost testovací dávky pro ideální vzorek [g]

DR – sušina [%]

Výpočet objemu destilované vody

$$L_A = M_T * \frac{1 - 100/DR}{\rho_{H_2O}} \quad (3)$$

$L_A$  – množství přidané vody [l]

$M_T$  – teoretická navážka vzorku [kg]

DR – sušina [%]

$\rho_{H_2O}$  – hustota vody použité pro výluh [kg/l], pro účely vodného výluhu bráno 1 kg/l

### 5.3 Příprava výluhu – přirozené pH – dle ČSN EN 12457-4

Předem vypočtené množství vzorku se navažuje do skleněné lahve se zábrusovým víčkem a přelije se daným množstvím destilované vody. Lahev se upne do třepačky a po dobu 24 hodin se třepá systémem „hlava-pata“ při 5 otáčkách za minutu. Po ukončení třepání a ustátí vzorku (cca 10 minut) je stanoveno pH. Pokud vzorek nesedimentuje, je nutné ho odstředit.

## 5.4 Příprava řízeného výluhu

### Základní směs

Ke zkoušce je brán vzorek o zrnitosti <10 mm. Výpočet navážky vzorku a množství přidávané destilované vody se provádí dle vzorců 2 a 3 (oddíl 5.2), kdy navážka ideálního vzorku je 30 gramů a množství přidávané vody je 270 ml. Při zachování poměru navážky a přidávaného množství destilované vody, je možno navážku zvýšit. Snížení navážky není vhodné, protože malý objem kapaliny komplikuje měření pH. Vzorky se připravují do 500 ml PE nebo PP lahví se dobře těsnícími víčky. Od každého vzorku se připravuje 6 lahví.

### Přídavek kyseliny nebo zásady

Podle hodnoty přirozeného pH jsou vzorky rozděleny do pěti kategorií:

- I. pH menší než 5,5;
- II. pH v rozmezí 5,5 až 7,0;
- III. pH v rozmezí 7,0 až 8,5;
- IV. pH v rozmezí 8,5 až 10,5;
- V. pH vyšší než 10,5.

Přidávky kyseliny a hydroxidu jsou uvedeny v tabulce A. Je použita koncentrovaná kyselina dusičná (65%, 14,3 mol/l) a hydroxid sodný o koncentraci 5 mol/l. Všechny přidávky jsou vztaženy pro navážku 30 gramů ideálního vzorku.

Tabulka A. Přidávky kyseliny dusičné a hydroxidu sodného pro kategorie dle pH

Kategorie	Kyselina dusičná [ml]	Hydroxid sodný [ml]
I	-	1; 2; 3; 4; 5; 6
II	0,5; 1	1; 2; 3; 4
III	1; 2; 3	1; 2; 3
IV	1; 2; 3; 4	1; 2
V	1; 2; 3; 4; 5; 6	-

### Provedení výluhu

Po promísání vzorku, destilované vody a přídavku činidla upneme do třepačky a mísíme při 5 otáčkách za minutu po dobu 48 hodin. Pokud vzorek po přídavku uvolňuje plyn, mísíme 1

minutu kroužením a poté uzavřeme. Je třeba lahve průběžně kontrolovat a pokud se natlakují, tak je odtlakovat (otevřením) a poté pokračovat v mísení. Po 48 hodinách vzorky vyjmeme z třepačky, necháme 10 minut odstát.

### *5.5 Měření pH*

Po odstátí vzorku měříme pH. Elektroda by měla být při měření ponořena v kapalině, ne v usazeném vzorku u dna. Pokud se vzorek neusazuje, je nutné vzorek odstředit.

### *5.6 Rušivé vlivy*

Při měření pH se rušivě uplatňuje teplota – její vliv je možné kompenzovat automaticky (interním kompenzátorem pH-metru), jinak je nutné měření provádět při definované teplotě vzorku.

Dále stanovení ruší některé plyny, organické látky a vysoký obsah nerozpuštěných látek.

Přítomnost tuků a povrchově aktivních látek, může vyvolávat tvorbu filmu na povrchu skleněné elektrody a tím zkreslovat naměřenou hodnotu pH. Po práci s tímto typem vzorků je nutné elektrodu odmastit ponořením do ethanolu a rychle ji regenerovat v 2 %ní HCl a destilované vodě s následnou kalibrací.

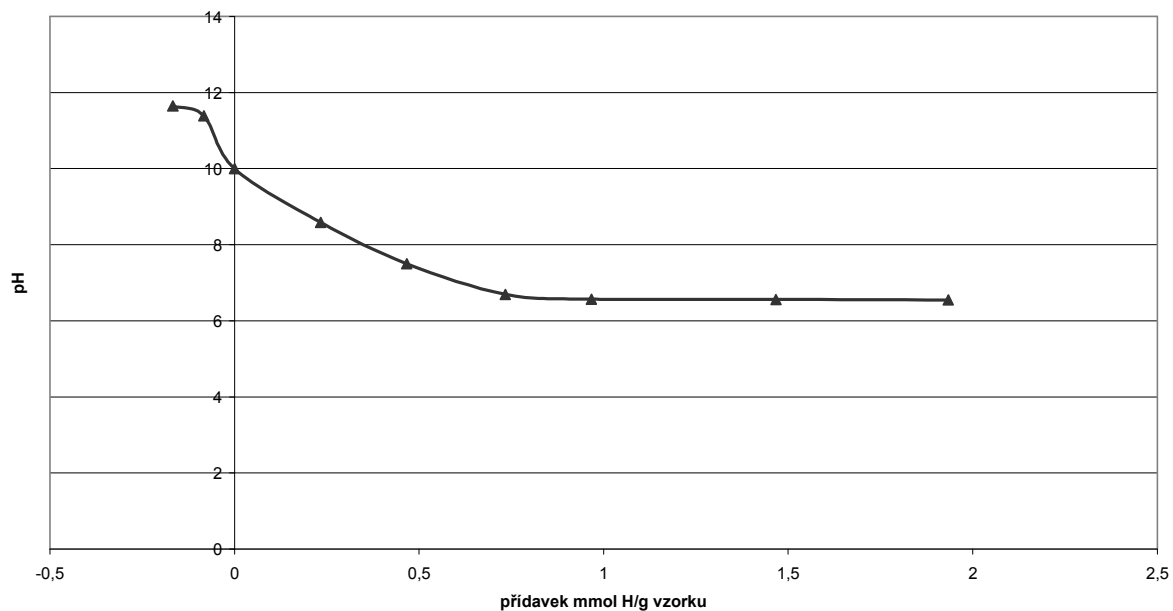
### *5.7 Vyhodnocení naměřených dat*

Po naměření pH s přidavky činidel získáme sadu hodnot a zařadíme do ní také hodnotu přirozeného pH. Vyhodnocení probíhá graficky, kdy je sledována závislost pH na přidaném množství  $H^+$ . Čím větší je rozdíl mezi jednotlivými hodnotami po sobě jdoucích pH, tím méně vzorek interaguje s příslušným činidlem. Nejnižší přidavky jsou porovnávány s hodnotou přirozeného pH. Pokud je rozdíl přirozeného pH a nejbližšího bodu menší než 1,1 pak vzorek silně interaguje s činidlem. Je-li následující rozdíl větší než 1,5, došlo k nasycení a vzorek se stává omezeně reaktivním.

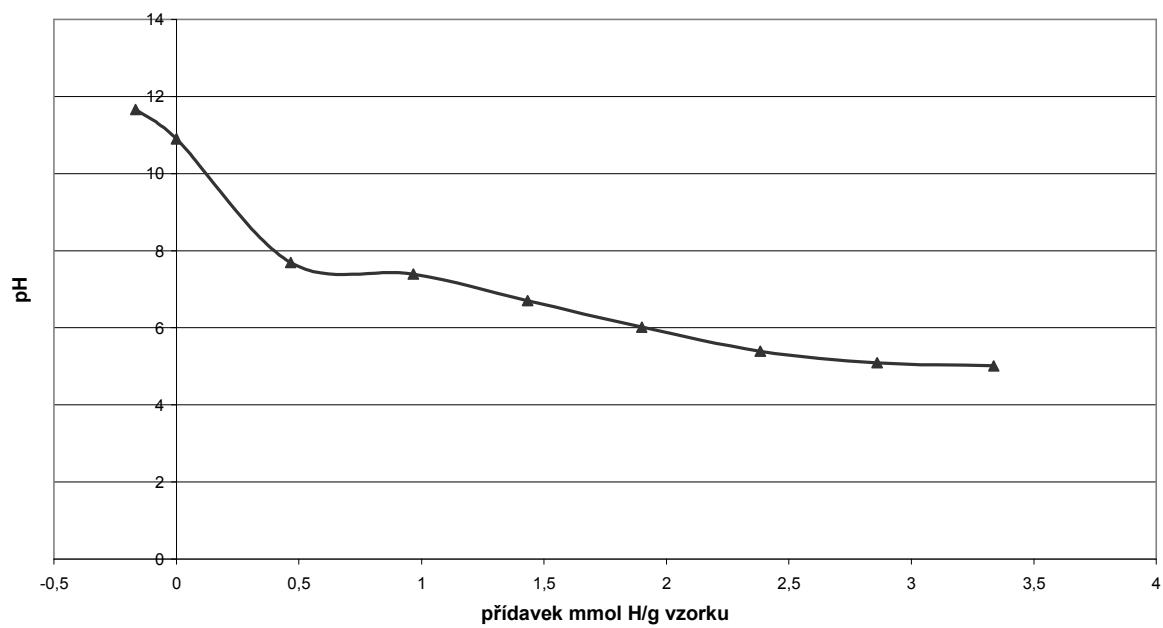
Pokud je rozdíl přirozeného pH a nejbližšího bodu větší než 1,5, vzorek reaguje omezeně. Celkově se vyhodnocuje schopnost vzorku reagovat s kyselinou nebo zásadou. Příklady neutralizačních křivek jsou uvedeny na obrázku A.

Obrázek A: Příklady neutralizačních křivek

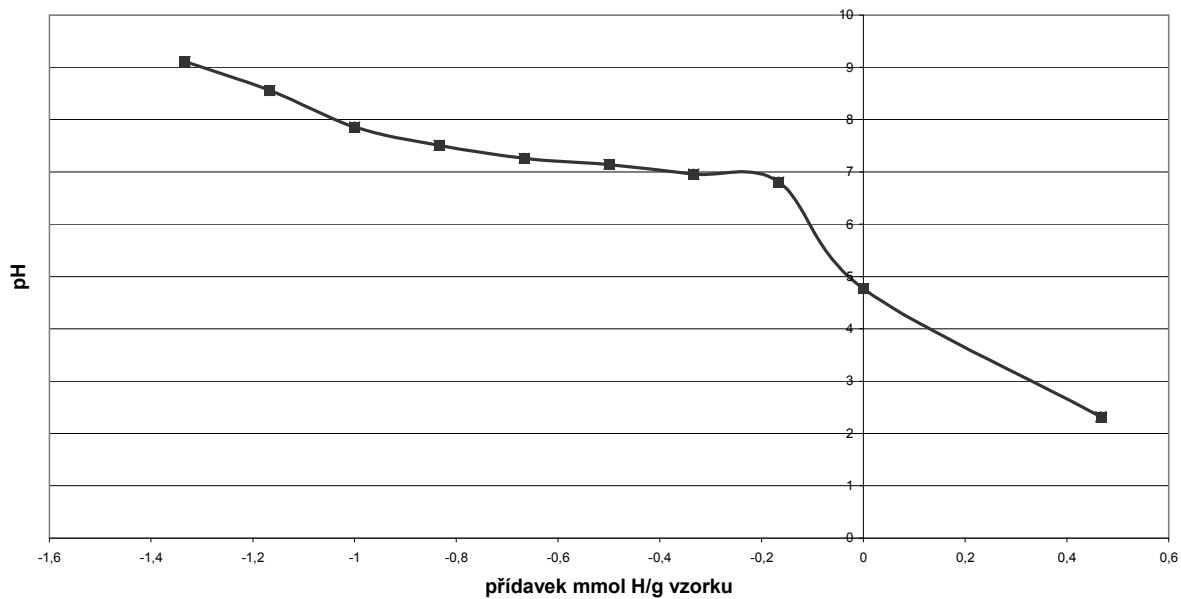
Kaly z čištění průmyslových odpadních vod (k.č.19 08 13)



Kaly z fyzikálně-chemického zpracování obsahující nebezpečné látky (k.č. 19 02 05)



Odpady z výroby, zpracování, distribuce, používání a odstraňování barev a laků



Licí formy a nepoužitá jádra (k.č. 10 09 05)

