

BEPALING VAN HET WATEROPLOSBAAR GEDEELTE

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode beschrijft de bepaling van het wateroplosbaar gedeelte van vaste, pasteuze en slibvormige afvalstoffen met de enkelvoudige schudtest. Het resultaat van deze bepaling is de hoeveelheid materiaal die oplost onder de experimentele testcondities, zoals hierna beschreven.

Deze bepaling is gebaseerd op een 1 steps uitloging met water bij een vloeistof tot vaste stof verhouding van 10 l/kg op een materiaal met een deeltjesgrootte kleiner dan 10 mm.

2 PRINCIPE

Het testmateriaal, met een deeltjesgrootte kleiner dan 10 mm (eventueel verkregen door verkleinen van het materiaal), wordt in contact gebracht met water als uitloogvloeistof onder gedefinieerde condities. Bij deze methode wordt aangenomen dat een evenwichtstoestand (of een bijna-evenwichtstoestand) wordt bereikt tussen de vloeistof en de vaste fasen gedurende de testperiode. Het vaste residu wordt na de testperiode afgescheiden door filtratie. De wateroplosbare fractie wordt bepaald door droogdampen van het gefiltreerde eluaat of een gedeelte daarvan en wordt uitgedrukt ten opzichte van het droog monster.

De oplosbaarheid van bepaalde componenten is afhankelijk van de totale hoeveelheid vloeistof waarmee het monster in contact wordt gebracht. Dit is het geval voor componenten met een beperkte oplosbaarheid. Om eenduidige resultaten te bekomen wordt ernaar gestreefd om de vloeistof-monster verhouding constant te houden op exact 10 l/kg. Daartoe moet de hoeveelheid nat monster en de hoeveelheid extractievloeistof berekend worden rekening houdend met het initieel vochtgehalte van het monster.

3 OPMERKINGEN

- Deze methode is mogelijk niet toepasbaar op materialen met een zodanige waterinhoud of wateraffiniteit dat een goede menging van de vaste stof met de voorziene hoeveelheid vloeistof niet kan bereikt worden.
- Deze methode is mogelijk niet toepasbaar op materialen die een reactie ondergaan met de uitloogvloeistof, resulterend in vb. overmatige gasontwikkeling, een solidificerend effect of een overmatige warmte-ontwikkeling.
- Door het verkleinen van het materiaal worden nieuwe oppervlakken blootgesteld die mogelijk een verandering in de uitloogkarakteristieken teweegbrengen.
- Het gebruik van enkel deze methode laat niet toe het uitlooggedrag van een materiaal te bepalen.

4 MONSTERBEHANDELING

4.1 Verkleinen van het materiaal

Het materiaal wordt bij voorkeur getest in de toestand waarin het gebruikt zal worden. Maar voor de uitvoering van deze methode moet ten minste 95% van het analysemonster een deeltjesgrootte hebben kleiner dan 10 mm. Hiertoe wordt het materiaal gezeefd. Indien het grovere materiaal meer dan 5% (m/m) bedraagt, wordt de volledige grovere fractie verkleind. In geen geval mag het verkleinen gebeuren door middel van malen. Enkel verkleinen door breken (kakenbreker), pletten (mortier) of zeven is toegelaten. Na verkleining wordt het verkleinde en het gezeefde materiaal gemengd. De methode van verkleining dient in het verslag vermeld te worden.

Voor sterk waterhoudende monsters kan het noodzakelijk zijn het monster luchtdroog te maken vooraleer het verkleind kan worden. Het drogen mag niet bij een hogere temperatuur dan 40°C gebeuren, dit om te voorkomen dat er tijdens het droogproces componenten vervluchtigen of chemische omzettingen plaats hebben die een invloed hebben op het uitlooggedrag.

4.2 Bepaling van het droge stof gehalte (DS) en het relatief vochtgehalte (RV)

Het vochtgehalte van het analysemonster moet worden bepaald op een afzonderlijk deelmonster door te drogen bij $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ volgens CMA/2/II/A.1. Met dit vochtgehalte dient rekening te worden gehouden bij de bepaling van het volume uitloogvloeistof en de hoeveelheid monster.

Het droge stof gehalte DS (%) is de verhouding tussen de massa van het gedroogd materiaal en de massa van het overeenkomend niet-gedroogd materiaal, en wordt berekend als:

$$DS = \left(\frac{M_D}{M_N} \right) \times 100 \quad (1)$$

waarin:

DS: droge stof gehalte (%)

M_D : massa van het gedroogde monster (g)

M_N : massa van het niet-gedroogde monster (g)

Het relatief vochtgehalte RV (%) is de verhouding tussen de massa water aanwezig in het materiaal en de massa van het overeenkomend gedroogd materiaal, en wordt berekend als:

$$RV = \left(\frac{M_N - M_D}{M_D} \right) \times 100 \quad (2)$$

OPMERKING

Bij aanwezigheid van een grote hoeveelheid vluchtige of onstabiele componenten, is bovenstaande methode voor de vochtbepaling niet aangewezen. In deze gevallen dient een rechtstreekse bepaling van het watergehalte te gebeuren (vb. Karl-Fisher) in plaats van de bepaling van het vochtgehalte beschreven in CMA/2/II/A.1, en dient het relatief vochtgehalte hieruit berekend te worden.

5 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 5.1 Glazen flessen of flessen van hoge dichtheid polyethyleen (HDPE) / polypropyleen (PP). Spoelen voor gebruik.
- 5.2 Een overkopmenger (5 rpm - 10 rpm), of een rollerbank (rotatiesnelheid ongeveer 10 rpm).

OPMERKING

Een ander schudtoestel mag gebruikt worden op voorwaarde dat de equivalentie bewezen is.

- 5.3 Filtreerapparatuur, ofwel een vacuümfilter (2500 Pa - 4000 Pa; 25 - 40 mbar), ofwel een apparaat geschikt voor filtratie bij verhoogde druk (< 0.5 MPa; 5 bar).
- 5.4 Membraanfilters voor de filtreerapparatuur met een poriëngrootte van $0.45 \mu\text{m}$, welke achtereenvolgens zijn gespouled met salpeterzuur (6.1) en gedemineraliseerd water (6.2).
- 5.5 Eventueel: centrifuge, werkend bij 3000 - 4000 g.
- 5.6 Analytische balans met een meetnauwkeurigheid beter dan ± 0.1 g.

6 REAGENTIA

- 6.1 Salpeterzuur van analytisch zuivere kwaliteit, $c(\text{HNO}_3) = (1 \pm 0.1)$ mol/l.
- 6.2 Gedemineraliseerd water, gedistilleerd water of water met een zelfde zuiverheid ($5 < \text{pH} < 7$), met een geleidbaarheid van ten hoogste 0.5 mS/m.

7 PROCEDURE**7.1 Test condities**

De enkelvoudige schudtest wordt uitgevoerd bij kamertemperatuur ($15 - 25^\circ\text{C}$)

7.2 Enkelvoudige schudtest

Voor de uitvoering van de schudtest is een analysemonster nodig met een massa equivalent aan 100 ± 5 g droge stof. De benodigde hoeveelheid monster wordt berekend volgens:

$$M_{Nb} = \frac{100 \text{ g}}{DS} \times 100 \quad (3)$$

Met

M_{Nb} : Berekende hoeveelheid nat monster (g) equivalent aan 100 g droog monster

DS: Droge stof gehalte van het monster (%)

OPMERKINGEN

Om de representativiteit te verzekeren, kan het nodig zijn om een grotere hoeveelheid analysemonster te gebruiken, en een overeenkomend groter volume uitloogvloeistof. Deze afwijking van de methode dient vermeld te worden in het verslag.

Weeg met een nauwkeurigheid van 0.1 g een hoeveelheid M_N van het monster af die M_{Nb} zo goed mogelijk benadert. Breng het analysemonster over in een fles (5.1). Selecteer de fles, zodat de hoeveelheid lucht in de fles beperkt is.

De hoeveelheid extractievloeistof L die moet worden toegevoegd wordt berekend met volgende formule.

$$L = \left(10 - \frac{RV}{100}\right) \times \frac{M_N}{1000} \times \frac{DS}{100} \quad (4)$$

waarin:

L: volume toe te voegen uitloogvloeistof (l)

M_N : massa van het natte analysemonster (g)

RV: relatief vochtgehalte (%)

DS: droge stofgehalte van het monster (%)

Voeg een hoeveelheid uitloogvloeistof toe (L), zodat een vloeistof-tot-vaste stof verhouding (L/S) gelijk aan 10 l/kg \pm 2 % gerealiseerd wordt tijdens de extractie. Zorg ervoor dat een goede menging bereikt wordt van vaste stof en vloeistof.

Plaats de afgesloten fles in het schudtoestel (5.2). Schud gedurende 24 uren \pm 0.5 uren. Gedurende de extractie moet bezinking van de vaste stof op de bodem van de fles vermeden worden. Overmatige afschuring, resulterend in verkleining van de deeltjesgrootte, moet eveneens vermeden worden.

7.3 Filtratie

Laat de vaste gesuspendeerde deeltjes bezinken gedurende 15 minuten \pm 5 minuten.

Filtreer het eluaat over een membraanfilter (0.45 μ m), met behulp van een vacuüm- of een drukfiltratieapparaat (5.3). Spoelen van de filter met water of een ander solvent, na filtratie, is niet toegelaten.

Indien het filtreren niet mogelijk is in een periode van 1 uur aan een snelheid van ten minste 30 ml/cm²/uur, dient een andere procedure te worden toegepast voor de vloeistof-vaste stof scheiding. Deze procedure dient vermeld te worden in het verslag. Er mag voor de vloeistof-vaste stof scheiding geen gebruik gemaakt worden van additieven.

OPMERKING

- Voor de vloeistof-vaste stof scheiding kan gebruik gemaakt worden van bezinking, voorfiltratie op een grovere filter (grotere poriën), centrifugatie, filtratie op een grotere filter (oppervlakte), ...
- Voorbeelden van additieven die niet mogen gebruikt worden zijn calcium chloride, ammoniumzouten, ...

Het is niet noodzakelijk het ganze volume van het eluaat te filtreren of centrifugeren.

7.4 Bepaling van de concentratie van opgeloste bestanddelen

Van het gefiltreerde eluaat of een gedeelte daarvan moet de droogrest worden bepaald. Daartoe wordt drooggedampt bij 105°C conform CMA/2/II/A.3.

De hoeveelheid eluaat moet zodanig gekozen worden dat na droogdampen minstens 0.1 g droogmassa achterlijft.

Bepaal de droogrest (DR) in mg/l.

8 BEREKENINGEN

De totale hoeveelheid opgeloste bestanddelen aanwezig in het filtraat wordt berekend uit het residu dat bekomen wordt na verdamping en achtereenvolgens drogen bij 105°C van het filtraat of een gedeelte daarvan.

Eerst wordt het totale extractievolume berekend. Dit gebeurt met volgende formule:

$$V_e = 10 \times \frac{M_N}{1000} \times \frac{DS}{100} = \frac{M_N \times DS}{10000} \quad (5)$$

met

V_e : totaal extractievolume. Dit omvat het initieel vochtgehalte en de toegevoegde extractievloeistof (l)

M_N : massa van het natte monster dat in bewerking werd genomen bij de extractie (g)

DS: Droge stof gehalte van het monster (%)

Het wateroplosbaar gedeelte van een monster wordt uitgedrukt in massaprocent ten opzichte van het droog monster volgens:

$$WOG = DR \times V_e \times \frac{10}{M_N \times DS} \quad (6)$$

waarin:

- WOG: wateroplosbaar gedeelte in % bij L/S=10 l/kg (m/m) ten opzichte van het droge monster
- DR: Droogrest van het eluaat (mg/l)
- V_e: Totaal volume extractievloeistof (l)
- M_N: massa oorspronkelijk monster dat in bewerking werd genomen bij de uitloging (g)
- DS: droge stof gehalte van het oorspronkelijk monster in % zoals beschreven onder punt 4.2

9 REFERENTIES

prEN 12457-4 (CEN/TC292/WG2). Characterization of waste - Leaching - Compliance test for leaching of granular waste materials and sludges - Part 4: One stage batch test at a liquid to solid ratio of 10 l/kg with particle size below 10 mm (without or with size reduction). November 1999.