

# BEPALING VAN DE UITLOGING VAN ANORGANISCHE COMPONENTEN UIT POEDER- EN KORRELVORMIGE MATERIALEN MET DE KOLOMPROEF

## Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen

### 1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode beschrijft de kolomproef, waarmee de voor uitloging beschikbare fractie, als functie van de verhouding tussen vloeistof en vaste stof (de L/S-waarde), wordt bepaald over een traject variërend van 0,1 tot en met 10 l per kg droge stof. De L/S-waarde kan worden gerelateerd aan een tijdschaal, zodat op grond van de resultaten van de kolomproef een oordeel kan worden gevormd over de tijdsafhankelijkheid van de uitloging van een materiaal onder praktijkomstandigheden.

### 2 PRINCIPE

De kolomproef heeft als doel de uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen in aëroob milieu te simuleren als functie van de L/S-waarde over een traject variërend van 0,1 tot en met 10 l per kg droge stof.

In de kolomproef wordt het te onderzoeken materiaal in een verticaal opgestelde kolom van onderuit doorstroomd met de uitloogvloeistof (aangezuurd water), waarbij na doorstroming van gezette hoeveelheden uitloogvloeistof de concentraties van de uitgeloopte componenten in het eluaat worden gemeten. De pH-waarde van het eluaat wordt opgelegd door het materiaal zelf. Op basis van de resultaten van de kolomproef kan zowel per opgevangen fractie als cumulatief de uitgeloopte hoeveelheid van elke geanalyseerde component worden berekend.

### 3 OPMERKINGEN

De methode bevat verwijzingen naar de volgende normen:

- |               |   |
|---------------|---|
| NVN 7300      | Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen. Monsterneming. Algemene aanwijzingen (in voorbereiding). |
| NEN 7310:1995 | Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen. Monstervoorbehandeling. Algemene aanwijzingen.           |

### 4 MONSTERBEHANDELING

Voor het uitvoeren van de kolomproef in enkelvoud is tussen 0,5 l en 0,7 l analysemonster nodig, waarvan het vochtgehalte (g) bekend is en waarvan ten minste 95 % (m/m) (droge stof) van de deeltjes kleiner is dan 4 mm.

#### OPMERKINGEN

- 1 Voor de monsterneming van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen voor uitloogproeven, wordt geadviseerd gebruik te maken van de werkwijzen als beschreven in NEN 7300.
- 2 Indien het monster waaruit het analysemonster wordt verkregen een voorbehandeling moet ondergaan, wordt geadviseerd gebruik te maken van de werkwijzen als beschreven in NEN 7310.

Het vochtgehalte (g) van het analysemonster moet zijn bepaald aan een separaat deelmonster dat is gedroogd bij  $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$  volgens CMA 2/II/A.1.

#### OPMERKING

Indien het voor de kolomproef bestemde monster moet worden voorgedroogd voor de bereiding van het analysemonster, mag dit niet bij hogere temperatuur dan  $40^\circ\text{C}$  gebeuren om te voorkomen dat er tijdens het droogproces componenten vervluchtigen of chemische omzettingen plaats hebben die van invloed zijn op het uitlooggedrag. Als het materiaal reeds de juiste korrelgrootteverdeling heeft, mag niet worden voorgedroogd.

## 5 APPARATUUR EN MATERIAAL

De hierna genoemde toestellen en hulpmiddelen moeten voor gebruik zijn gecontroleerd op goede werking en afwezigheid van storende elementen die het resultaat van de proef kunnen beïnvloeden.

De onder 5.6, 5.7 en 5.8 genoemde toestellen moeten gekalibreerd zijn.

- 5.1 Kolom met een binnendiameter van  $(5 \pm 0,5)$  cm en een vulbare hoogte van ten minste 4 maal de binnendiameter, voorzien van afsluiters waarin filters (5.2 en 5.3) kunnen worden aangebracht.
- 5.2 Membraanfilters voor de kolom met een poriëngrootte van  $0,45 \mu\text{m}$ .
- 5.3 Voorfilters voor de kolom met een poriëngrootte van ten hoogste  $1,5 \mu\text{m}$ .
- 5.4 Peristaltische pomp, met een instelbare en afleesbare capaciteit tussen 0 ml/h en 50 ml/h.
- 5.5 Afsluitbare opvangflessen van kunststof.
- 5.6 Analytische balans met een meetgebied tot ten minste 1000 g en een meetnauwkeurigheid beter dan  $\pm 10 \text{ mg}$ .

- 5.7 pH-meter met een meetnauwkeurigheid beter dan  $\pm 0,05$  pH-eenheden.
- 5.8 Geleidbaarheidsmeter met een meetnauwkeurigheid beter dan  $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ .
- 5.9 Kunststof slangmateriaal.

## 6 REAGENTIA

- 6.1 Gedemineraliseerd water met een geleidbaarheid van ten hoogste  $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ , met salpeterzuur van analytisch zuivere kwaliteit aangezuurd tot  $\text{pH} = 4 \pm 0,1$ .
- 6.2 Salpeterzuur van analytisch zuivere kwaliteit,  $c(\text{HNO}_3) = 1 \pm 0,1 \text{ mol/l}$ .

## 7 PROCEDURE

De uitloging als functie van de L/S-waarde wordt bepaald door achtereenvolgens:

- de eisen aan de te analyseren eluaatmonsters vast te stellen volgens 7.1;
- de kolomproef uit te voeren volgens 7.2;
- het eluaat te analyseren volgens 7.3;
- de berekening uit te voeren volgens hoofdstuk 8.

### 7.1 Eluaatmonsters

Bepaal de hoeveelheid eluaat die nodig is voor de analyse van de uitgeloopte componenten en bepaal de wijze waarop de eluaatmonsters moeten worden bewaard volgens de navolgende procedure:

1. ga eerst na hoeveel, voor welke componenten en volgens welke methoden analyses moeten worden uitgevoerd;
2. ga na voor welke componenten het eluaat moet worden geconserveerd en op welke wijze;  
OPMERKING: om neerslag of vervluchtiging van bepaalde componenten te voorkomen, moet het eluaat worden geconserveerd. Conservering van metalen in het eluaat gebeurt meestal door aanzuring met salpeterzuur tot  $\text{pH} = 2$  (voor tin wordt zoutzuur gebruikt; kwik wordt geconserveerd door toevoeging van salpeterzuur en kaliumdichromaat). Om anionen (bijvoorbeeld chloride, sulfaat, fluoride) te conserveren, mag juist niet worden aangezuurd.
3. bepaal aan de hand van het voorgaande voor elke te analyseren component de minimaal noodzakelijke hoeveelheid eluaat en de wijze waarop de eluaatmonsters moeten worden geconserveerd.

## 7.2 De kolomproef

De kolomproef wordt in 7 stappen uitgevoerd bij een temperatuur die mag variëren tussen 18°C en 22°C:

### 7.2.1 Stap 1

Spoel de kolom (5.1), de aan- en afvoerslangen (5.9), de filters (5.2 en 5.3) en de opvangflessen (5.5) voor de aanvang van de proef met salpeterzuur (6.2) en spoel na met aangezuurd water (6.1).

Weeg de kolom, inclusief afsluiters en filters tot op 10 mg nauwkeurig.

Vul de kolom met het te analysemonster (4) tot een bedhoogte van ten minste 4 maal de binnendiameter van de kolom. Tijdens het vullen moet zorg worden gedragen voor een goede pakking in de kolom. Gebruik zonodig een trilplaat.

Breng aan de onder- en bovenzijde van de kolom afsluiters aan, voorzien van membraanfilters (5.2) om meespoelen van fijne deeltjes met het eluaat te voorkomen.

Indien de korrelgrootteverdeling van het analysemonster zo is dat het membraanfilter (5.2) kan dichtslaan, moet tevens een voorfilter (5.3) worden toegepast. De afsluiters moeten zo zijn aangebracht dat de vloeistofstroom niet om de filters heen kan en dat geen open ruimte boven het materiaal achterblijft.

Weeg de aldus gevulde kolom tot op 10 mg nauwkeurig.

Bepaal de droge massa van het analysemonster in de kolom volgens:

$$m_0 = m \cdot \left( \frac{100 - g}{100} \right) \quad (1)$$

waarin:

- $m_0$  is de massa van het analysemonster in de kolom, in kg droge stof;
- $m$  is de door verschilweging bepaalde hoeveelheid analysemonster, in kg;
- $g$  is het vochtgehalte bepaald door droging bij 105°C, in g/g.

Sluit de pomp (5.4) aan op de onderzijde van de kolom en doorstroom de kolom gedurende de proef van onder naar boven met aangezuurd water tot deze verzadigd is, gevolgd door een totale hoeveelheid van  $(10 \pm 0,02)m_0$  l (6.1).

Verbind de bovenzijde van de kolom met een opvangfles (5.5).

Stel het debiet van de pomp in op een waarde berekend volgens:

$$q \leq a \times m_0 \quad (2)$$

waarin:

$q$  is het debiet van de pomp, in l/h;

$m_0$  is de massa van het analysemonster in de kolom, in kg droge stof;

$a$  is een coëfficiënt gelijk aan 0,025 l/kg.h.

OPMERKING: bij het maximaal toegelaten pompdebiet duurt de kolomproef ca. 3 weken. Bij gebruik van slibben en kleiachtige materialen met een geringe doorlatendheid kan de proef worden uitgevoerd onder verhoging van het drukverschil. Indien ook dan de maximaal toegelaten debietwaarde niet kan worden bereikt, zal de proef langer duren.

Verwissel de aangesloten opvangfles (5.5) door een nieuwe zodra een hoeveelheid van  $(0,1 \pm 0,01)m_0$  l aangezuurd water (6.1) is doorgestroomd nadat de kolom geheel is verzadigd. Dit is de eerste fractie ( $k_1$ ).

Meet van het opgevangen eluaat de pH ( $\pm 0,1$ ) en de geleidbaarheid  $K_{20}$  ( $\pm 1 \mu\text{S/cm}$ ).

Schenk van het eluaat de voor analyse bestemde hoeveelheden over in passende flessen (5.5), maar vul elke fles met ten minste 10 ml.

Conserveer de eluaatmonsters volgens de in 7.1 beschreven procedure. Indien meer dan 1 ml conserveringsmiddel per 250 ml eluaat nodig is, moeten de volgens 7.3 bepaalde concentraties daarvoor worden gecorrigeerd.

### 7.2.2 Stap 2 tot en met 7

Verwissel de opvangfles door een nieuwe, zodra weer een hoeveelheid aangezuurd water (6.1) volgens tabel 1 is doorgestroomd. Dit zijn de fracties  $k_2$  tot en met  $k_7$ .

OPMERKING: het symbool  $k$  bij de fracties staat voor “kolomproef” en de index 1 tot en met 7 geeft het volgnummer aan.

Meet van de opgevangen eluaatfracties de pH ( $\pm 0,1$ ) en de geleidbaarheid ( $\pm 1 \mu\text{S/cm}$ ) en bewaar de geconserveerde eluaatfracties in afzonderlijke flessen in afgesloten toestand.

Tabel 1: Overzicht voor het opvangen van de fracties

Fractie	Fractievolume l	L/S-waarde (cumulatief) l/kg
k <sub>1</sub>	(0,1 ± 0,01) · m <sub>0</sub>	0,1 ± 0,01
k <sub>2</sub>	(0,1 ± 0,01) · m <sub>0</sub>	0,2 ± 0,02
k <sub>3</sub>	(0,3 ± 0,03) · m <sub>0</sub>	0,5 ± 0,05
k <sub>4</sub>	(0,5 ± 0,05) · m <sub>0</sub>	1,0 ± 0,1
k <sub>5</sub>	(1,0 ± 0,1) · m <sub>0</sub>	2,0 ± 0,2
k <sub>6</sub>	(3,0 ± 0,3) · m <sub>0</sub>	5,0 ± 0,5
k <sub>7</sub>	(5,0 ± 0,5) · m <sub>0</sub>	10,0 ± 0,02

### 7.3 Analyse

Analyseer de volgens 7.2 verkregen eluaatmonsters zo spoedig mogelijk na elke stap en zoveel mogelijk in één reeks.

OPMERKING: voor de chemische analyse van eluaten wordt verwezen naar Deel 2 van het CMA.

## 8 BEREKENINGEN

Bereken voor iedere component de uitgeloopte hoeveelheid in alle eluaatfracties met de formule:

$$U_{\text{kol},i} = \frac{V_i}{m_0} \times \frac{c_i}{f} \quad (3)$$

waarin:

I is de index van de eluaatfractie (1, 2, ..., 7);

$U_{\text{kol},i}$  is de uitgeloopte hoeveelheid van een component per hoeveelheid analysemonster in mg per kg droge stof, in de eluaatfractie i van de kolomproef

$c_i$  is de concentratie van die component in de eluaatfractie i, in µg/l;

$m_0$  is de massa van het analysemonster in de kolom in bepalingsgrenzen van die componenten in het eluaat; kg droge stof;

$V_i$  is het volume van eluaatfractie i in l;

f is een dimensieloze factor: 1000 µg/mg.

De in formule (3) bedoelde concentratie  $c_i$  is de oorspronkelijk in het eluaat aanwezige concentratie; de volgens 7.3 bepaalde meetwaarde moet worden gecorrigeerd voor de in 7.2

toegevoegde hoeveelheid conserverings-middel indien dit meer bedraagt dan 1 ml per 250 ml eluaat.

Indien de concentratie van een component in één of meer eluaatfracties beneden de onderste bepalingsgrens ligt, moeten voor die component in die fracties twee berekeningen worden uitgevoerd. De bovengrens van  $U_{kol,i}$  wordt berekend door in formule (3)  $c_i$  gelijk te stellen aan de onderste bepalingsgrens; de ondergrens van  $U_{kol,i}$  wordt berekend door in formule (3)  $c_i$  gelijk te stellen aan 0.

Bereken ook voor iedere component de cumulatieve uitloging ( $\sum U_{kol,i}$ ) door de uitgeloopte hoeveelheden van de desbetreffende component in de opeenvolgend opgevangen eluaatfracties bij elkaar op te tellen. Indien de concentratie van een component in een bepaalde eluaatfractie beneden de onderste bepalingsgrens ligt, moeten voor die component weer twee berekeningen worden uitgevoerd, om zowel de bovengrens als de ondergrens van ( $\sum U_{kol,i}$ ) aan te geven.

#### OPMERKING

De uitloging per component kan ook worden uitgedrukt als een percentage van het oorspronkelijke gehalte van de desbetreffende component in het analysemonster. Uit de uitgeloopte hoeveelheden van een bepaalde component, zoals berekend met formule (3), en de oorspronkelijke gehalten van die component in het analysemonster, kan de relatieve uitloging in de kolomproef worden berekend met de formule:

$$UP_{kol,i} = \frac{U_{kol,i}}{S_0} \times 100\% \quad (4)$$

waarin:

- $UP_{kol,i}$  is het percentage van een uitgeloopte component in eluaatfractie i van de kolomproef ten opzichte van het oorspronkelijke gehalte in het analysemonster;
- $U_{kol,i}$  is de uitgeloopte hoeveelheid van die component per hoeveelheid analysemonster in mg per kg droge stof, in de eluaatfractie i van de kolomproef;
- $S_0$  is het oorspronkelijke gehalte van die component in het analysemonster, in mg per kg droge stof. Dit gehalte moet zijn bepaald na een volledige ontsluiting, verplicht volgens CMA 2/II/A.3.

## 9 VERSLAG

Het verslag moet ten minste de volgende gegevens bevatten:

- een verwijzing naar deze methode;
- de gegevens die noodzakelijk zijn voor de identificatie van het analysemonster;
- herkomst en specificaties van het analysemonster;
- de aard van het onderzochte materiaal;

- het temperatuurgebied waarbinnen de uitloogproef is uitgevoerd;
- de tijdsduur van de proef indien deze meer is dan 3 weken;
- de in de kolomproef verkregen L/S-waarden, afgerond op maximaal 2 significante cijfers;
- de pH van de opgevangen eluaten; afgerond op 0,1 pH-eenheid;
- de geleidbaarheid van de opgevangen eluaten, afgerond op maximaal 1 significant cijfer;
- de componenten die zijn geanalyseerd en de onderste bepalingsgrenzen van die componenten in het eluaat;
- alle gemeten concentraties, afgerond op maximaal 2 significante cijfers;
- de volgens 7.2 toegevoegde hoeveelheid conserveringsmiddel indien dit meer is dan 1 ml per 250 ml eluaat;
- de voor iedere component per fractie berekende uitgeloopte hoeveelheid  $U_{kol,j}$ , in mg per kg droge stof, afgerond op maximaal 2 significante cijfers; bij analyseresultaten beneden de onderste bepalingsgrens moeten voor de desbetreffende component zowel de ondergrens als de bovengrens van de uitgeloopte hoeveelheid worden vermeld;
- de voor iedere component berekende cumulatief uitgeloopte hoeveelheid  $\sum U_{kol,i}$ , in mg per kg droge stof, afgerond op maximaal 2 significante cijfers; bij analyseresultaten beneden de onderste bepalingsgrens moeten voor de desbetreffende component zowel de bovengrens als de ondergrens van  $\sum U_{kol,i}$  worden vermeld;
- de datum van het onderzoek.

Indien de kolomproef niet volledig volgens deze methode is uitgevoerd, mag in het verslag alléén dan aan de methode worden gerefereerd, indien alle afwijkingen van de in deze methode voorgeschreven handelingen met redenen omkleed in het verslag worden vermeld.

## 10 REFERENTIES

NEN 7343 (1995) Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen. Uitloogproeven. Bepaling van de uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen met de kolomproef.