

Uitloging van anorganische componenten met de kolomproef voor bouwstof

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Principe	3
3	Opmerkingen	3
4	Apparatuur en materiaal	4
5	Reagentia	4
6	Monsterbehandeling	4
6.1	<i>Monsterneming</i>	4
6.2	<i>Monsterbereiding</i>	5
6.3	<i>Bepaling van het droge stof gehalte (%)</i>	5
6.4	<i>Analysemonster</i>	5
7	Procedure	6
7.1	<i>Eisen eluaatmonsters</i>	6
7.2	<i>Uitvoering kolomproef bouwstoffen</i>	6
7.2.1	voorbereiding	6
7.2.2	vullen en pakken van de kolom	7
7.2.3	opstarten kolomproef en opvangen van eerste eluaatfractie stap 1	7
7.2.4	opvangen volgende eluaatfracties (stap 2 tot en met stap 7)	9
7.3	<i>Analyse</i>	10
7.4	<i>Procedure blanco</i>	10
8	Berekeningen	11
9	Kwaliteitscontrole	12
10	Verslag	12
11	Referenties	13

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.9.1 van december 2008.

Deze methode beschrijft de kolomproef waarbij 7 eluaatfracties worden opgevangen en waarin dan telkens de uitloging van anorganische componenten uit granulaire materialen wordt bepaald als functie van de verhouding tussen vloeistof en vaste stof (L/S-waarde), over een traject variërend van 0,1 tot en met 10 liter per kg droge stof. Het gaat om een dynamische uitloging, waarbij het materiaal éénmalig doorstroomd wordt met een hoeveelheid water.

Het resultaat van deze bepaling is de afgifte (uitloging) van componenten (in mg per kg droge stof) die optreedt onder de experimentele testcondities, zoals hierna beschreven. 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 experimentele omstandigheden en over opgetreden afgiftemechanismen (bijv. afspoeling, matrixgerelateerde uitloging).

De methode kan toegepast worden op granulaire materialen met een deeltjesgrootte kleiner dan 4 mm (met of zonder verkleining van het materiaal).

Deze uitloogmethode is een basiskarakteriseringstest voor afvalstoffen met het oog op het gebruik als secundaire grondstof meerbepaald als niet-vormgegeven bouwstof.

Omwille van dit specifieke toepassingsgebied en om verwisseling te vermijden met de kolomproef voor stortplaats (aanvaarding van afvalstoffen op stortplaatsen) wordt deze uitloogmethode aangeduid als 'kolomproef voor bouwstof'.

2 PRINCIPE

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

In de kolomproef wordt het te onderzoeken materiaal, met een deeltjesgrootte kleiner dan 4 mm (met of zonder verkleining) in een verticaal opgestelde kolom van onderuit met een uitloogvloeistof (ultrapuur water) doorstroomd, zodat de kolom verzadigd is. Na doorstroming van zeven vooraf vastgestelde hoeveelheden uitloogvloeistof ($L/S = 0,1; 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0$ l/kg ds) worden de concentraties van de uitgeloopte componenten in de verschillende eluaatfracties 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 eluaatfractie als cumulatief, de emissie (uitgeloopte hoeveelheid) van elke geanalyseerde component worden berekend.

3 OPMERKINGEN

De vermelde uitloogcondities in de kolomproef zijn arbitrair. Het is geen simulatie van een specifiek scenario.

Deze methode is mogelijk niet toepasbaar op biologisch degradeerbare materialen of materialen die een reactie ondergaan met de uitloogvloeistof, resulterend in bijv. overmatige gasontwikkeling of een overmatige warmteontwikkeling.

4 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 4.6, 4.7 en 4.8 genoemde toestellen moeten tevens gekalibreerd zijn.

- 4.1 kolom uit glas of plastic (bijv. PMMA, PTFE) met een vulbare hoogte van ten minste 4 maal de binnendiameter, voorzien van afsluiters waarin filters (4.2 en/of 4.3) kunnen worden aangebracht. Kolommen met binnendiameter van 5 ± 0.5 cm zijn aanbevolen.

Opmerking: Andere kolomformaten zijn mogelijk, zolang rekening wordt gehouden dat de binnendiameter van de kolom 10 maal groter is dan de korrelgrootte van het vulmateriaal, en dat de kolom een vulbare hoogte bezit van ten minste 4 maal de binnendiameter.

- 4.2 niet eerder gebruikte membraanfilters voor voor in-line of off-line filtratie van de eluaten, met een poriëngrootte van $0,45 \mu\text{m}$
- 4.3 voorfilters voor de kolom (4.1) met een poriëngrootte van tussen $1,5 \mu\text{m}$ en $8 \mu\text{m}$
- 4.4 pomp (peristaltische of gelijkwaardig), met een instelbare en afleesbare capaciteit tussen 0 ml/h en 50 ml/h
- 4.5 afsluitbare glazen of plastic (bijv. HDPE, PP, PTFE, PET) recipiënten voor het opvangen van de eluaten en voor het conserveren van de eluaten.
Voor anorganische componenten worden flessen van PE geprefereerd, behalve voor stalen waarin Hg wordt geanalyseerd
- 4.6 analytische balans met een meetgebied tot ten minste 1000 g en een meetnauwkeurigheid beter dan ± 10 mg
- 4.7 pH-meter met een meetnauwkeurigheid beter dan $\pm 0,05$ pH-eenheden
- 4.8 geleidbaarheidsmeter met een meetnauwkeurigheid beter dan $5 \mu\text{S/cm}$
- 4.9 kunststof slangmateriaal
- 4.10 breekapparatuur: bijv. kaakbreker
- 4.11 zeefapparatuur met nominale maaswijdte van 4 mm
- 4.12 monsterverdeler of uitrusting om te kwarteren (facultatief)

5 REAGENTIA

- 5.1 ultra puur water: gedemineraliseerd water, gedistilleerd water of water met een zelfde zuiverheid ($5 < \text{pH} < 7$), met een geleidbaarheid van ten hoogste $5 \mu\text{S/cm}$.

6 MONSTERBEHANDELING

6.1 MONSTERNEMING

De monsterneming moet gebeuren volgens gebruikelijke monsternemingsprocedures om een representatief laboratoriummonster te bekomen.

Het materiaal dat in het labo toekomt (laboratoriummonster) moet tenminste 2,5 kg droge stof bedragen (in het geval een kolom met diameter van 5 cm wordt gebruikt). Gebruik een monsterverdeler of kwarteer om het materiaal verder op te splitsen.

6.2 MONSTERBEREIDING

De kolomproef wordt bij voorkeur uitgevoerd op een analysemonster in dezelfde toestand zoals het materiaal aan het laboratorium overhandigd werd (korrelgrootte, vochtgehalte). Indien het monster waaruit het analysemonster wordt verkregen een voorbehandeling (bijv. verkleinen van de deeltjesgrootte) moet ondergaan, wordt verwezen naar de werkwijzen monstervoorbehandeling zoals beschreven in CMA/5/A.1 t.e.m. A.9.

Voor de uitvoering van deze methode moet ten minste 95% (massa) van het analysemonster een deeltjesgrootte hebben kleiner dan 4 mm. Hiertoe wordt het materiaal (laboratoriummonster) gezeefd en wordt de zeefrest gewogen. Indien de zeefrest minder dan 5% (massa) bedraagt, wordt de zeefrest terug bij de zeefdoorval gevoegd en gehomogeniseerd. Indien het grovere materiaal (zeefrest) meer dan 5% (massa) bedraagt, wordt de volledige grovere fractie verkleind. Het materiaal mag in geen geval fijngemalen worden. Niet-breekbaar materiaal (bijv. metallische deeltjes zoals moeren, bouten, schroot) wordt verwijderd en het gewicht en de aard ervan wordt genoteerd. Na eventuele verkleining wordt het verkleinde en het gezeefde materiaal samengebracht en gehomogeniseerd (met uitzondering van het niet-breekbaar materiaal). Uit dit gehomogeniseerde materiaal wordt het analysemonster genomen.

Indien het materiaal niet kan worden gebroken of gezeefd omwille van zijn vochtigheid, mag het worden voorgedroogd. Dit mag niet bij hogere temperatuur dan 40°C gebeuren.

Afhankelijk van de maximum korrelgrootte kan het nodig zijn om de grovere deeltjes te verkleinen om zo te voldoen aan de regels voor monsterneming.

Ten gevolge van het breken en zeven kan contaminatie van het materiaal optreden zodanig dat dit de uitloging van belangrijke componenten beïnvloedt, bijv. Co en W bij kaakbrekers uitgerust in wolraamcarbide, of Cr, Ni, Mo en V uit roestvaststalen breektoestellen.

Vezelachtige materialen en plastics kunnen meestal verkleind worden na cryogene behandeling.

Drogen kan leiden tot oxidatie en/of carbonatatie. Indien het materiaal als niet-geoxideerd of niet-gecarbonateerd materiaal dient getest te worden, moet het droogproces onder inerte atmosfeer uitgevoerd worden.

6.3 BEPALING VAN HET DROGE STOF GEHALTE (%)

Het analysemonster bekomen na 6.2 wordt niet verder gedroogd.

Het droge stofgehalte ds van het analysemonster moet bepaald worden op een separaat deelmonster dat gedroogd is bij $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ volgens CMA 2/II/A.1 (droogrest).

6.4 ANALYSEMONSTER

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

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 EISEN ELUAATMONSTERS

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

- ga eerst na hoeveel, voor welke componenten en volgens welke methoden analyses moeten worden uitgevoerd. Raadpleeg de analysemethodes beschreven in CMA/2/I (anorganische analyses/water);
- ga na voor welke componenten het eluaat moet worden geconserveerd en op welke wijze (zie CMA/1B);
- 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. Raadpleeg hiervoor CMA/1/B.

Opmerking: Om veranderingen in het eluaat door fysische, chemische of biologische reacties te voorkomen, moeten eluaatmonsters zo goed mogelijk worden geconserveerd en bewaard. Conservering van metalen in het eluaat gebeurt meestal door aanzuring met salpeterzuur tot 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.

Indien de hoeveelheid eluaat uit de eerste fractie van de kolomproef niet toereikend is voor het analyseren van alle te bepalen componenten volgens de daarbij geselecteerde analysemethoden, dient de kolomproef meervoudig uitgevoerd te worden.

7.2 UITVOERING KOLOMPROEF BOUWSTOFFEN

De kolomproef bouwstoffen wordt uitgevoerd bij een temperatuur van 20 ± 5 °C.

Een constante temperatuur van 20°C in de kolomproef kan worden bereikt door ofwel de omgevingstemperatuur van het laboratorium te controleren, ofwel door de temperatuur van de uitloogvloeistof te controleren en de kolom te isoleren.

7.2.1 VOORBEREIDING

Spoel de kolom, de aan- en afvoerslangen, de voorfilters en de opvangflessen voor de aanvang van de proef met salpeterzuur en spoel na met water.

Breng aan de onder- en bovenzijde van de kolom afsluiters aan, voorzien van voorfilters en -in het geval van in-line filtratie- aan de bovenzijde een membraanfilter om meespoelen van fijne deeltjes met het eluaat te voorkomen. 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 kolom, inclusief afsluiters en de daarin aangebrachte filters (zonder aan- en afvoerslangen).

7.2.2 VULLEN EN PAKKEN VAN DE KOLOM

Vul de kolom met het analysemonster 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. Vul daartoe de kolom laagsgewijs in lagen van ca. 5 cm. Verdicht elke laag afzonderlijk door een valgewicht van ca. 125 g driemaal vanaf een hoogte van ca. 20 cm te laten vallen.

Opmerking: Bij zeer droge materialen kunnen tijdens de kolomproef gemakkelijk preferentiële doorstroomkanalen ontstaan. Ervaring leert dat dit in het algemeen niet optreedt indien het analysemonster ca. 10% vocht bevat. Bij droge, poedervormige materialen, wordt het analysemonster bij voorkeur vooraf bevochtigd met een bekende hoeveelheid water (5.1). Bepaal of bereken het droge stofgehalte van het aldus bevochtigde materiaal.

Opmerking: Niet-poedervormige materialen kunnen meestal gepakt worden in de staat (vochtig of droog) waarin ze zich bevinden.

Opmerking: Sommige materialen kunnen te vochtig zijn om een goede pakking te realiseren. Het analysemonster (of enkel de analyseportie) kan in dat geval gedroogd worden aan de lucht. De temperatuur mag in geen geval 40°C overschrijden. Het droogproces kan evenwel leiden tot oxidatie en/of carbonatatie.

Opmerking: Materialen die nat in de kolom gepakt worden, "zetten" zich soms na de start van de test nog, waarbij een vrije ruimte bovenaan de kolom ontstaat. Gebruik daarom bij voorkeur een kolom met verstelbare afsluiters, die indien nodig, tijdens de proef nog omlaag kunnen worden gebracht.

Opmerking: Zelfs indien goed gepakt, kan de doorstroming bij sommige materialen in de loop van de proef nog problemen veroorzaken. Meestal gaat het om materialen met hydraulische eigenschappen, waarbij uitharding kan leiden tot uitzetting, lage permeabiliteit, en zelfs breken van de kolom. Een mogelijkheid om toch de uitloging onder percolerende omstandigheden te bepalen, is gebruik maken van een (naar boven) verstelbare afsluiter voor de kolom, of door het materiaal minder te compacteren. Beide mogelijkheden leiden echter tot een minder goede reproduceerbaarheid.

Weeg de aldus gevulde kolom tot op 1 g nauwkeurig.

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

$$m_0 = m \times ds \quad (1)$$

waarin:

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

m = de door verschilweging bepaalde hoeveelheid analysemonster, in kg;

ds = het droge stofgehalte (m/m) van het analysemonster in de kolom bepaald volgens CMA 2/II/A.1.

Indien het analysemonster in de kolom vooraf is bevochtigd moet het droge stofgehalte, bepaald aan een separaat deelmonster, worden gecorrigeerd voor de toegevoegde hoeveelheid water.

7.2.3 OPSTARTEN KOLOMPROEF EN OPVANGEN VAN EERSTE ELUAATFRACTIE STAP 1

Sluit de pomp via een aanvoerslang aan op de onderzijde van de kolom en doorstroom de kolom van onder naar boven met gedemineraliseerd water. Stel de doorstroomsnelheid zo in dat de kolom in minimaal 6 u tijd geheel verzadigd is. Stop de doorstroming vervolgens gedurende een periode van 18 u tot 72 u.

Opmerking: De wachttijd is bedoeld voor het verkrijgen van chemisch evenwicht tussen de vaste stof en de uitloogvloeistof. Doorgaans is 24 u voldoende.

Opmerking: Het bereiken van het chemisch evenwicht tussen vaste stof en vloeistof kan gecontroleerd worden door na het starten van de pomp een kleine hoeveelheid eluaat van ca. 15 ml. Meet de pH van dit eerste (deel)eluaat. Vang een tweede hoeveelheid eluaat op gelijk aan $(0,1 \pm 0,02) \cdot m_0$ (inclusief het eerste (deel)eluaat). Meet de pH van het tweede (deel)eluaat, en vergelijk beide pH-waarden. Voorwaarde voor het bereiken van de evenwichtstoestand is een pH-verschil < 0.5 pH-eenheid tussen beide (deel)eluat. Indien niet voldaan wordt aan de evenwichtsvoorwaarde zijn er verschillende denkpistes mogelijk.

- Het chemisch evenwicht is (nog) niet is ingetreden. Herhaal de opstartprocedure, en laat de kolom langer dan 72 u in evenwicht komen.
- Het testmateriaal is reactief, produceert bijv. tijdens de evenwichtsperiode zure gassen waardoor het 1ste (deel)eluaat beïnvloed wordt. De resultaten van het 1ste eluaat worden in dit geval informatief vermeld op het analyseverslag.
- Er is geen verklaring voor de pH-sprong: de test wordt beëindigd, ofwel wordt melding gemaakt van de pH-sprong op het analyseverslag.

Na de evenwichtsperiode wordt de pomp (opnieuw) gestart. Verbind de bovenzijde van de kolom met een opvangrecipiënt. Sluit de opvangrecipiënt met afvoerslang zo goed mogelijk af om vervluchtiging tegen te gaan.

Stel het debiet van de pomp q in op een waarde ($\pm 20\%$) berekend volgens:

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

waarin:

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

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

a = is een coëfficiënt gelijk aan $(0,021 \pm 0.004)$ l/kg.h.

Indien de aard van het te onderzoeken materiaal het voorgeschreven debiet niet toelaat, ook niet onder verhoging van het drukverschil, moet de proef worden uitgevoerd met het maximaal te bereiken pompdebiet.

Bij het voorgeschreven pompdebiet duurt de kolomproef ca. 3 weken. Bij slibs en kleiachtige materialen met een geringe doorlatendheid kan de voorgeschreven debietwaarde niet altijd worden bereikt. In dat geval mag de proef toch worden uitgevoerd, maar zal de proef langer duren.

Verwissel de aangesloten opvangrecipiënt door een nieuwe zodra een hoeveelheid van $(0,1 \pm 0,01) \cdot m_0$ liter water is doorgestroomd. Dit is de eerste fractie k_1 van het eluaat. Meet het volume V_1 (op 1 ml nauwkeurig). Filtreer het eluaat off-line over een $0,45 \mu\text{m}$ membraanfilter, indien geen in-line filters werden gebruikt.

Meet van deze eluaatfractie k_1 onmiddellijk de pH ($\pm 0,1$ pH-eenheid) volgens de methode CMA/2/I/A.1. Noteer de pH-waarde en de temperatuur van het eluaat.

Meet van deze eluaatfractie k_1 de geleidbaarheid ($\pm 1\%$) volgens de methode CMA/2/I/A.2.

Verdun het eluaat met ultra puur water indien de geleidbaarheid hoger is dan **200** mS/cm. Verdun het eluaat zodanig dat de geleidbaarheid een waarde bereikt tussen **100** mS/cm en **200** mS/cm en noteer de toegevoegde hoeveelheid water.

Opmerking: Door de geleidbaarheid van het eluaat op een waarde lager dan **200** mS/cm te brengen, wordt voorkomen dat precipitatiereacties optreden ten gevolge van de relatief hoge concentraties aan uitgeloopte componenten.

Opmerking: Bij lage geleidbaarheden van het eluaat kan het in de kolom doorstroomde volume water berekend worden uit de massa van het opgevangen eluaat, omdat de dichtheid daarvan vrijwel gelijk is aan 1,00 l/kg. De

dichtheid van onverdund eluaat, waarvan de geleidbaarheid hoger is dan 200 mS/cm, is echter niet bekend en doorgaans hoger dan 1,00 l/kg. De doorgestroomde hoeveelheid water moet in dat geval volumetrisch bepaald worden (zowel voor als na verdunnen).

Verdeel de eluaatfractie k₁ (na goed opschudden) in een gepast aantal deelmonsters voor de verschillende chemische analyses. Conserveer en bewaar de geconserveerde (deel)eluaten in goed afsluitbare monsterflessen rekening houdend met de richtlijnen in CMA/1/B (conservering en recipiënten).

7.2.4 OPVANGEN VOLGENDE ELUAATFRACTIES (STAP 2 TOT EN MET STAP 7)

Verwissel de opvangfles door een nieuwe, zodra weer een hoeveelheid gedemineraliseerd water volgens Tabel 1 is doorgestroomd. Dit zijn de eluaatfracties k₂ tot en met k₇. Meet van het opgevangen eluaat het volume V_i (op 1 ml nauwkeurig). Houd bij het opvangen van de eluaatfracties rekening met beide criteria in Tabel 1 (het volume van de eluaatfractie én de cumulatieve L/S-waarde). De kolom wordt gedurende de proef doorstroomd met een totale hoeveelheid water gelijk aan $(10,0 \pm 0,2) \cdot m_0$ liter. Filtreer elke eluaatfractie k_i off-line over een 0,45 µm membraanfilter (4.2), indien geen in-line filters werden gebruikt.

Tabel 1: Overzicht voor het opvangen van de eluaatfracties

Fractie	Fractievolume V _i	L/S-waarde (cumulatief) (l/kg ds)
k ₁	$(0,1 \pm 0,01) \cdot m_0$	0,1 ± 0,01
K ₂	$(0,1 \pm 0,01) \cdot m_0$	0,2 ± 0,02
K ₃	$(0,3 \pm 0,03) \cdot m_0$	0,5 ± 0,05
K ₄	$(0,5 \pm 0,05) \cdot m_0$	1,0 ± 0,1
K ₅	$(1,0 \pm 0,1) \cdot m_0$	2,0 ± 0,2
K ₆	$(3,0 \pm 0,3) \cdot m_0$	5,0 ± 0,5
K ₇	$(5,0 \pm 0,5) \cdot m_0$	10,0 ± 0,2

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 k_i telkens onmiddellijk de pH (tot op 0,1 pH-eenheid) volgens de methode CMA/2/I/A.1. Noteer de pH-waarde en de temperatuur van het eluaat.

Meet van de eluaatfracties k_i de geleidbaarheid (±1 %) volgens de methode CMA/2/I/A.2.

Opmerking: Het verloop van de geleidbaarheid heeft een karakteristieke vorm. De geleidbaarheid neemt exponentieel af tijdens de kolomproef. Afwijkingen van dit patroon kunnen erop duiden dat de kolomproef niet op juiste wijze is uitgevoerd.

Opmerking: Het verloop van de pH geeft een indicatie van de stabiliteit van het onderzochte materiaal. Grote variaties in de pH van de eluaten duiden erop dat het onderzochte materiaal nog niet stabiel is. Grote spreidingen in de pH treden vooral op bij verbrandingsresiduen die nog niet volledig verouderd of gecarbonateerd zijn.

Opmerking: Naast de pH en de geleidbaarheid van het eluaat is ook de redoxpotential een belangrijke parameter bij het bepalen van het uitlooggedrag. Indien men de redoxpotential in het eluaat van de kolomproef wil vaststellen, is het noodzakelijk om deze bepaling direct na het uittreden van het eluaat uit te voeren (in-line). De potential verandert immers zodra het eluaat in contact komt met omgevingslucht.

Verdun het eluaat met ultra puur water indien de geleidbaarheid hoger is dan 200 mS/cm. Verdun het eluaat zodanig dat de geleidbaarheid een waarde bereikt tussen 100 mS/cm en 200 mS/cm en noteer de toegevoegde hoeveelheid water.

Verdeel de eluaatfracties k_2 tot en met k_7 (na goed opschudden) in een gepast aantal deelmonsters voor de verschillende chemische analyses. Conserveer en bewaar de geconserveerde (deel)eluaten in goed afsluitbare monsterflessen rekening houdend met de richtlijnen in CMA/1/B (conservering en recipiënten).

7.3 ANALYSE

Bepaal de concentratie van de op te volgen componenten in alle eluaatfracties k_i conform de analysemethoden beschreven in CMA/2/I (anorganische analysemethoden/water).

Indien meer dan 1 ml conserveringsmiddel per 250 ml eluaat nodig is, moeten de volgens 7.3 bepaalde concentraties daarvoor worden gecorrigeerd in de berekeningen (8).

7.4 PROCEDURE BLANCO

Twee volumes uitloogvloeistof worden onderworpen aan de hele procedure (met uitzondering van de monstervoorbehandeling, maar inclusief de eluaatanalyse).

Doorstroom een lege kolom, compleet met afsluiters (20 cm "vul"hoogte) en aan- en afvoerslangen en filters met de uitloogvloeistof (5.1), zodat deze geheel gevuld wordt. Laat het volume uitloogvloeistof vervolgens circuleren in de kolom en aan- en afvoerleidingen. Stop de pomp na 2 dagen, ledig de kolom via de onderkant, en collecteer het (eerste) blanco eluaat. Start de pomp en vul de kolom een tweede keer met de uitloogvloeistof. Na 2 dagen wordt op gelijkaardig wijze het tweede blanco eluaat opgevangen.

Opmerking: Indien het niet mogelijk is de blanco test uit te voeren volgens bovenstaande procedure omwille van bijv. software gestuurde apparatuur voor sturing van het debiet en opvangen van eluaatfracties, mag de kolom nadat hij volledig gevuld is, doorstroomd worden volgens de reguliere procedure in 7.2.3 en 7.2.4 (zonder circulatie in kolom en leidingen). Het debiet bij vullen en doorstromen wordt afgestemd op de vloeistofmassa in de gevulde kolom (formule 2). Collecteer de doorstroomde uitloogvloeistof binnen de eerste week na opstart in 2 opeenvolgende blanco eluaten. Daarna mag de doorstroming gestopt worden.

Meet de geleidbaarheid van beide blanco eluaten. Conserveer de eluaten volgens de in 7.1 gegeven aanwijzingen.

Vermits deze methode wordt uitgevoerd in het kader van de specifieke regelgeving voor het gebruik van afvalstoffen als niet-vormgegeven bouwstoffen, wordt het criterium voor de analytische resultaten van de blanco test opgelegd door deze regelgeving. Herbereken hiervoor de normwaarden (uitloging, in mg/kg ds) naar concentratiewaarden ($\mu\text{g/l}$), met een L/S-verhouding van 1 l/kg ds.

De eluaten van de blanco test moeten aan de volgende minimumvoorwaarden voldoen:

- de concentratie van elke component die wordt beschouwd in het eerste blanco eluaat moet kleiner zijn dan de bepalingsgrensis van de betreffende component;
- de geleidbaarheid van het tweede blanco eluaat moet kleiner zijn dan $5 \mu\text{S/cm}$.

Als deze voorwaarden niet worden vervuld, dient de blanco procedure herhaald te worden. De resultaten van de blanco test worden niet afgetrokken van de resultaten van de uitloogtest.

Deze voorzorgsmaatregel houdt geen rekening met de handelingen uitgevoerd tijdens de voorbereiding van het analysemonster (zeven, verkleinen, verdelen,...).

8 BEREKENINGEN

Bereken voor iedere component de uitgeloopte hoeveelheid (emissie E) in alle eluaatfracties, op basis van droge stof, met de formule:

$$E_{ki} = \frac{V_i}{m_0} \times \frac{c_i}{f} \quad (3)$$

waarin:

i = de index van de eluaatfractie (1, 2, ..., 7);

E_{ki} = de uitgeloopte hoeveelheid van een component per hoeveelheid analysemonster in mg per kg droge stof, in de eluaatfractie i van de kolomproef

c_i = de concentratie van die component in de eluaatfractie i , in $\mu\text{g/l}$;

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

V_i = is het volume van eluaatfractie i in l;

f = is een dimensieloze factor: 1000 $\mu\text{g/mg}$.

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 conserveringsmiddel 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 E_{ki} wordt berekend door in formule (3) c_i gelijk te stellen aan de onderste bepalingsgrens; de ondergrens van E_{ki} is gelijk aan 0 vermits in formule (3) c_i gelijkgesteld wordt aan 0.

Bereken ook voor iedere component de cumulatieve uitloging $E = \sum E_{ki}$ 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 $E = \sum E_{ki}$ aan te geven.

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:

$$RE_{ki} = \frac{E_{ki}}{S_0} \times 100\% \quad (4)$$

waarin:

RE_{ki} = het percentage van een uitgeloopte component in eluaatfractie i van de kolomproef ten opzichte van het oorspronkelijke gehalte in het analysemonster;

E_{ki} = de uitgeloopte hoeveelheid van die component per hoeveelheid analysemonster in mg per kg droge stof, in de eluaatfractie i van de kolomproef;

S_0 = het oorspronkelijke gehalte van die component in het analysemonster, in mg per kg droge stof. Dit gehalte moet zijn bepaald na een volledige ontsluiting, gevolgd door een analysemethode.

9 KWALITEITSCONTROLE

- Opvolging van de waterkwaliteit conform de gestelde eisen in §5.1.
- Opvolging van de temperatuur van het laboratorium conform de gestelde eis in §7.2.
- Regelmatige controle van het doorstromingsdebiet van kolom conform de eis in formule 2 in §7.2.3
- 1x/maand (als er proeven lopen) wordt een procedure blanco volgens 7.4 uitgevoerd.
- 2 à 6 x/jaar (frequentie afstemmen op aantal uitgevoerde proeven) wordt een reëel controlemonster uitloging opgestart. Hierbij worden minimaal pH en geleidbaarheid opgevolgd, alsook 2 relevante metalen (in functie van de uitloogbaarheid van het controlemonster) met concentratieniveau minimaal 2 x groter dan de bepalingsgrens.
- Facultatief: duplo meting kolomproef op een routinemonster.

10 VERSLAG

Het verslag moet ten minste de volgende gegevens bevatten:

- verwijzing naar de referentie in het CMA, indien de kolomproef niet volledig conform werd uitgevoerd moeten alle afwijkingen gemotiveerd worden zoniet mag niet naar de referentie verwezen worden;
- voorbehandeling van het analysemonster (methode van verkleinen, inclusief het drogen indien dit nodig was, fractie > 4 mm, fractie niet-breekbaar, methode van verdelen, droge stofgehalte in %);
- tijdsduur van de kolomproef (begin - einde);
- de afzonderlijke fracties (7) met hun respectievelijke L/S-waarden afgerond op maximum 2 significante cijfers;
- pH en geleidbaarheid van het eluaat per fractie;
- de onderzochte componenten en hun bepalingsgrenzen in het eluaat;
- de gemeten concentraties (in mg/l of $\mu\text{g/l}$, zoals gewenst) en uitgeloopte hoeveelheid per fractie (in mg/kg ds) van de onderzochte componenten op maximum 2 significante cijfers;
- de berekende cumulatieve emissie van de onderzochte componenten $EL/S=10 = \sum E_{ki}$, (in mg/kg ds) bij de overeenstemmende L/S-waarden. Bij analyseresultaten onder de bepalingsgrens (8) moeten voor de cumulatieve emissie $EL/S=10 = \sum E_{ki}$ zowel een ondergrens als bovengrens aangegeven worden.

11 REFERENTIES

- prCEN/TS 14405:2003 - Characterization of waste – Leaching behaviour tests – Up-flow percolation test (under specified conditions)
- Ontw.NEN 7373:2003 - Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen met de kolomproef – Vaste grond- en steenachtige materialen.