

## **Uitloging van anorganische componenten uit vormgegeven en monolithische materialen met de diffusieproef**

## INHOUD

<b>1</b>	<b>DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>OPMERKINGEN</b>	<b>4</b>
<b>4</b>	<b>APPARATUUR EN MATERIAAL</b>	<b>4</b>
<b>5</b>	<b>REAGENTIA</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>MONSTERBEHANDELING</b>	<b>5</b>
6.1	<i>Algemeen</i>	5
6.2	<i>Bereiding van de analyseportie <math>P_1</math></i>	6
<b>7</b>	<b>PROCEDURE</b>	<b>6</b>
7.1	<i>Eluatmonsters</i>	7
7.2	<i>Bepaling van de beschikbaarheid</i>	7
7.3	<i>Bepaling van het geometrisch oppervlak <math>A</math> van het proefstuk <math>P_1</math></i>	7
7.4	<i>Uitvoering van de diffusieproef</i>	8
7.4.1	<i>stap 1</i>	8
7.4.2	<i>stap 2 tot en met 8</i>	9
7.5	<i>Analyse van de eluaten</i>	9
7.5.1	<i>Criterium 1</i>	10
7.5.2	<i>Criterium 2</i>	10
7.6	<i>Blanco test</i>	10
<b>8</b>	<b>BEREKENINGEN</b>	<b>11</b>
8.1	<i>Gemeten uitloging van een component per fractie</i>	11
8.2	<i>Gemeten en rekenkundige cumulatieve uitloging van een component</i>	12
8.2.1	<i>Gemeten cumulatieve uitloging</i>	12
8.2.2	<i>rekenkundige cumulatieve uitloging van een component</i>	13
8.3	<i>Bepaling van het (de) opgetreden uitloogmechanisme(n) bij de diffusieproef</i>	13
8.3.1	<i>Indeling in deeltrajecten</i>	14
8.3.2	<i>Trajectanalyse per component</i>	15
8.3.3	<i>Bepaling of de materiaalmatrix oplost</i>	15
8.3.4	<i>Bepaling of de verschillende componenten diffusiebepaald uitloggen, of dat (ook) andere uitloogmechanismen een rol spelen</i>	16
8.4	<i>Berekening van de diffusiebepaalde uitloging van een component per oppervlakte-eenheid</i>	17
8.5	<i>Berekening van de oppervlakteafspoeling in combinatie met diffusie-bepaalde uitloging</i>	18
8.6	<i>Bepaling van de bovengrens voor uitloging van componenten waarvoor geen diffusie kan worden vastgesteld</i>	19
8.6.1	<i>De concentratiefactor <math>CF_{1-8}</math> is kleiner dan 1,5</i>	19

8.6.2	Afspoeling gevolgd door lage concentraties in volgende fracties _____	19
8.6.3	Schijnbare uitputting/verschillende chemische vormen _____	20
8.6.4	Oplossen _____	20
8.6.5	Grote spreiding in gemeten concentraties _____	21
8.6.6	Overzicht van situaties waarin een bovengrens van de uitloging kan worden berekend 21	
<b>9</b>	<b>Kwaliteitscontrole _____</b>	<b>22</b>
<b>10</b>	<b>VERSLAG _____</b>	<b>22</b>
<b>11</b>	<b>REFERENTIES _____</b>	<b>23</b>
	<b>BIJLAGE A Toelichting op de voorgeschreven proefstukken en de bepaling van het geometrisch oppervlak _____</b>	<b>24</b>
<b>A.1</b>	<b>Toelichting proefstukken _____</b>	<b>24</b>
<b>A.2</b>	<b>Bepaling geometrisch oppervlak _____</b>	<b>25</b>
A.2.1	Proefstukken waarvan het gehele geometrisch oppervlak wordt bepaald _____	25
A.2.2	Proefstukken waarvan het oppervlak gedeeltelijk wordt afgedekt _____	26
A.2.3	Sterk onregelmatige proefstukken waarbij geen regelmatig zijvlak te identificeren is	26
	<b>BIJLAGE B Bepaling en beoordeling van de effectieve diffusiecoëfficiënt, de bepaling van de uitgeloopte hoeveelheid per massa-eenheid, en bepaling van de immissiewaarde _____</b>	<b>28</b>
<b>B.1</b>	<b>Bepaling van de effectieve diffusiecoëfficiënt van een component _____</b>	<b>28</b>
<b>B.2</b>	<b>Beoordeling van een diffusiecoëfficiënt _____</b>	<b>28</b>
<b>B.3</b>	<b>Bepaling van de uitgeloopte hoeveelheid per massa-eenheid _____</b>	<b>29</b>
<b>B.4</b>	<b>Berekening van de immissiewaarde uit emissiewaarden voor metalen bepaald aan de hand van een diffusieproef voor vormgegeven bouwstoffen _____</b>	<b>30</b>
<b>B.5</b>	<b>Berekening van de immissiewaarde uit emissiewaarden voor anionen bepaald aan de hand van een diffusieproef voor vormgegeven bouwstoffen _____</b>	<b>31</b>
<b>B.6</b>	<b>Bepaling van de immissie over een periode van 100 jaar voor metalen die geen diffusiegecontroleerd uitloggedrag vertonen _____</b>	<b>31</b>
<b>B.7</b>	<b>Bepaling van de immissie over een periode van 1 jaar voor anionen die geen diffusiegecontroleerd uitloggedrag vertonen _____</b>	<b>32</b>
	<b>BIJLAGE C (INFORMATIEF) Berekening van de bovengrens voor uitloging in bijzondere gevallen _____</b>	<b>33</b>
<b>C.1</b>	<b>Algemeen _____</b>	<b>33</b>
	<b>BIJLAGE D (informatief) Grafische representatie van diffusiebepaalde uitloging in bijzondere gevallen _____</b>	<b>34</b>

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.9.2 van december 2008.

In deze methode wordt de diffusieproef beschreven, die kan worden gebruikt voor de bepaling van het uitlooggedrag van vaste, niet-korrelvormige materialen in het kader van karakterisering als secundaire grondstof in vormgegeven toepassingen. Deze proef levert onder meer als resultaat de cumulatieve emissie uit het aan uitloging blootgestelde oppervlak (in mg/m<sup>2</sup>). Op grond van de resultaten van de diffusieproef kan een oordeel worden gevormd over de tijdsafhankelijkheid van de uitloging van een materiaal onder praktijkomstandigheden.

## 2 PRINCIPE

De diffusieproef heeft als doel de uitloging van anorganische componenten uit vormgegeven en monolitische materialen te simuleren, als functie van de tijd over een periode van 64 dagen.

In de proef worden de aard en eigenschappen van de te onderzoeken materiaalmatrix bepaald door een proefstuk daarvan in zijn geheel in de uitloogvloeistof (ultrapuur water) te plaatsen en het eluaat te verversen volgens het in deze procedure bepaalde tijdschema (na 0.25, 1, 2.25, 4, 9, 16, 36 en 64 dagen). De concentraties van de uitgeloopte componenten in de successievelijk verkregen eluaatfracties worden gemeten. De pH-waarde waaronder de uitloging plaatsvindt, wordt opgelegd door het materiaal zelf. Op basis van de resultaten van de diffusieproef kan zowel per fractie als cumulatief de uitgeloopte hoeveelheid per oppervlakte-eenheid van elke geanalyseerde component worden berekend. Uit het verloop van de afgifte van componenten in de tijd kunnen parameters worden afgeleid, waaronder de mate van oppervlakte-afspoeling en de effectieve diffusiecoëfficiënt, waarmee de uitloging op langere termijn kan worden geschat.

## 3 OPMERKINGEN

De diffusieproef is niet geschikt voor materialen die in oplossing gaan tijdens de uitvoering van de proef. Hiervoor zijn in deze procedure criteria opgenomen.

Enkele opvallende wijzigingen ten opzichte van versie februari 2007:

- proefstuk minstens 2 dimensies groter dan 40 mm;
- proefstuk gevormd door verharding van een mengsel van diverse stoffen en bindmiddelen, worden slechts na 28 dagen verharding onderzocht;
- rapportage van de 3 criteria inzake oplosgedrag van de materiaalmatrix;
- aanvulling van immissieberekening voor anionen.

## 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. Ze mogen geen van de in de eluaten te bepalen componenten afgeven of absorberen.

De hieronder genoemde toestellen moeten gekalibreerd zijn.

- 4.1 uitloogrecipiënt: afsluitbare bak of emmer van glas of kunststof (bijv. PMMA, PTFE, PE, PP) met zodanige afmeting dat het proefstuk aan alle zijde omringd is door 2 cm onder water, bij een hoeveelheid water tussen 2 en 5 maal het volume  $V_p$  van het proefstuk  $P_1$  of, indien het oppervlak van het proefstuk gedeeltelijk met een afsluitende laag is afgedekt, een hoeveelheid water (in liter) tussen 50 en 200 maal het oppervlak (in  $m^2$ ) van het niet-afgedekte deel van het oppervlak van het proefstuk.  
In de bak moet een zodanige ondersteunende constructie van kunststof zijn aangebracht, dat het proefstuk aan alle zijden door de vloeistof wordt omgeven. Het proefstuk kan ook aan een kunststof draad aan het deksel van de bak of emmer worden opgehangen.

Opmerking1 : Gedurende de hele diffusieproef wordt éénzelfde uitloogrecipiënt gebruikt.

- 4.2 filtreerapparatuur, ofwel een vacuümfilter (werkend tussen 30 kPa en 70 kPa; 300 - 700 mbar), ofwel een apparaat geschikt voor filtratie bij verhoogde druk ( $< 0.5$  Mpa; 5 bar).
- 4.3 niet eerder gebruikte membraanfilters voor de filtreerapparatuur (4.2) met een poriëngrootte van  $0,45 \mu m$
- 4.4 afsluitbare glazen of plastic (bijv. HDPE, PP, PTFE, PET) recipiënten voor het conserveren en bewaren van de eluaten.  
Voor anorganische componenten worden flessen van PE geprefereerd, behalve voor stalen waarin Hg wordt geanalyseerd
- 4.5 balans met een meetgebied tot ten minste 1000 g en een meetnauwkeurigheid beter dan  $\pm 10$  mg
- 4.6 meetapparatuur voor bepaling afmetingen proefstuk met een meetnauwkeurigheid beter dan 1 mm
- 4.7 pH-meter met een meetnauwkeurigheid beter dan  $\pm 0,05$  pH-eenheden
- 4.8 geleidbaarheidsmeter met een meetnauwkeurigheid beter dan  $5 \mu S/cm$
- 4.9 facultatief: zaagmachine met diamantschijf en/of boorapparatuur (droog proces)

## 5 REAGENTIA

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

## 6 MONSTERBEHANDELING

### 6.1 ALGEMEEN

Voor het uitvoeren van de diffusieproef is een analysemonster nodig dat bestaat uit ten minste twee proefstukken, waarvan structuur, homogeniteit en samenstelling representatief zijn voor het te onderzoeken materiaal of product. Uit het analysemonster worden 2 analyseporties bereid: één voor uitvoering van de diffusieproef ( $P_1$ ) en een tweede ( $P_2$ ) voor uitvoering van de maximale beschikbaarheidsproef volgens CMA/2/II/A.9.3.

De analyseportie voor de diffusieproef ( $P_1$ ) bestaat uit één (of meerdere) proefstuk(ken) waarvan de afmeting bij 2 van de 3 dimensies groter is dan 40 mm, en waarvan het volume ( $V_p$ ) in l, de massa ( $m$ ) in kg en de volumieke massa ( $\rho$ ) in  $kg/m^3$  bekend zijn. Het proefstuk  $P_2$  mag kleiner zijn dan  $P_1$  en de grootheden  $m$ ,  $\rho$ ,  $V_p$  en  $A$  van  $P_2$  dienen niet bepaald te worden.

Opmerking 2 : Om de representativiteit van de analyseportie voor de diffusieproef te garanderen, wordt aanbevolen om meer dan 1 proefstuk samen in één diffusieproef uit te logen. Het contactoppervlak in de diffusieproef is in dit geval de som van het oppervlak van de individuele proefstukken.

Indien een te onderzoeken vormgegeven of monolithisch materiaal wordt geproduceerd in een productformaat, waarvan de kleinste afmeting kleiner is dan 40 mm, kan dit product als proefstuk worden gebruikt indien aan één zijde van  $P_1$  een nauwkeurig te bepalen geometrisch oppervlak A aanwezig is van ten minste 75 cm<sup>2</sup>.

De proefstukken kunnen bemonsterd worden vanuit de praktijktoepassing (bijv. boring wegdek, fundering), maar kunnen ook ad hoc bereid worden onder laboratoriumomstandigheden die met de praktijk overeenstemmen (bijv. proctor proefstukken). De monsterneming in praktijktoepassingen moet gebeuren volgens gebruikelijke monsternemingsprocedures om een representatief laboratoriummonster te bekomen.

Veroudering is een belangrijke factor bij uitloging van afvalstoffen. Met name afval dat afkomstig is van een stabilisatieproces, in een praktijktoepassing (weg, fundering) of geproduceerd onder laboratoriumomstandigheden, moet voldoende lang uitgehard zijn om verschillen in uitloging te vermijden door wijzigende poriestructuur en uitloogprocessen van de minerale fasen. Bouwstoffen die worden gevormd door verharding van een mengsel van diverse stoffen en bindmiddelen, worden in het uitloogonderzoek slechts na 28 dagen verharding onderzocht. De aanmaakdatum en/of uithardingstijd van het analysemonster moet voor deze materialen vermeld worden op het analyseverslag.

Voor een verdere toelichting op gestelde eisen voor de afmetingen van de proefstukken in  $P_1$  wordt naar annex A verwezen.

## 6.2 BEREIDING VAN DE ANALYSEPORTIE $P_1$

De proefstukken  $P_1$  worden bekomen door manuele selectie, of door snijden, zagen of boren (droog proces) uit het analysemonster (6.1). Indien het materiaal een snij-, zaag- of boorproces ondergaat, moet dit vermeld worden op het analyseverslag.

Opmerking 3 : De vorm en afmetingen van het proefstuk (cilinder, kubus, ...) zijn minder van belang, enkel de afmeting bij 2 van de 3 dimensies moet groter zijn dan 40 mm; de uitloging in de diffusieproef wordt in de eerste plaats gerelateerd aan het blootgestelde oppervlak.

De proefstukken in  $P_1$  worden in gesloten dozen of recipiënten bewaard bij kamertemperatuur (20 ± 5°C) om blootstelling aan de atmosfeer te minimaliseren, met als gevolg veranderingen aan het materiaaloppervlak (drogen, carbonatatie,...).

Voor het opstarten van de diffusieproef (ca. 1 uur vooraf) worden stof en losse deeltjes verwijderd door met perslucht zachtjes over het (de) proefstuk(ken) te blazen. Het (de) proefstuk(ken) mogen in geen geval in contact gebracht worden met een vloeistof van gelijk welke aard.

## 7 PROCEDURE

De diffusieproef wordt uitgevoerd door achtereenvolgens:

- de eisen aan de te analyseren eluaatmonsters vast te stellen volgens 7.1;
- de beschikbaarheidsproef uit te voeren volgens 7.2;

- het geometrisch oppervlak van het proefstuk, bestemd voor het uitvoeren van de diffusieproef, te bepalen volgens 7.3;
- de diffusieproef uit te voeren volgens 7.4;
- het eluaat te analyseren volgens 7.5;
- de berekeningen uit te voeren volgens 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:

- 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/1/B);
- 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 4 : 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.

Houd er bij de uitvoering van het bovenstaande rekening mee dat het, voor de bepaling van het in oplossing gaan van de materiaalmatrix, nodig kan zijn om alle eluaatfracties (bijkomend) te analyseren op calcium, chloride en sulfaat. Zekerheid hierover wordt pas verkregen na uitvoering van de gehele proef.

### 7.2 BEPALING VAN DE BESCHIKBAARHEID

Bepaal op het proefstuk  $P_2$ , volgens CMA/2/II/A.9.3, de voor uitloging beschikbare hoeveelheid ( $U_{bes}$ ) van iedere te onderzoeken component in mg per kg droge stof.

Deze beschikbaarheid is nadien nodig voor het berekenen van de effectieve gemiddelde diffusiecoëfficiënt  $D_e$  (zie annex B.1).

### 7.3 BEPALING VAN HET GEOMETRISCH OPPERVLAK A VAN HET PROEFSTUK $P_1$

De bepaling van het oppervlak van het proefstuk  $P_1$  vindt plaats door meting van kenmerkende meetkundige grootheden van het geometrisch buitenoppervlak A van het proefstuk.

Voor een nauwkeurige bepaling van de diffusiecoëfficiënt is het nodig om het geometrisch oppervlak van een proefstuk nauwkeurig en eenduidig te bepalen. Daartoe moeten proefstukken of delen van proefstukken worden onderzocht, waarvan het geometrisch oppervlak eenvoudig en eenduidig is te bepalen. In de meeste situaties kunnen proefstukken worden gevonden waarvan het geometrisch oppervlak van het gehele proefstuk eenvoudig en eenduidig kan worden bepaald. In annex A worden de voorwaarden en de procedure voor de bepaling van een regelmatig oppervlak gegeven. De procedure voor de selectie en bepaling van bruikbare oppervlakken van proefstukken met een (gedeeltelijk) onregelmatig oppervlak is complexer.

#### 7.4 UITVOERING VAN DE DIFFUSIEPROEF

De diffusieproef wordt uitgevoerd bij een temperatuur van  $20 \pm 5$  °C.

Spoel de bak of emmer voor de uitvoering van de proef met salpeterzuur en spoel na met (ultra)puur water. Plaats daarna het (de) proefstuk(ken)  $P_1$  in de bak of emmer.

##### 7.4.1 STAP 1

Vul de bak met een tot op 1 % nauwkeurig bepaalde hoeveelheid  $V$  (ultra)puur water zo dat,

- indien geen delen van het oppervlak zijn afgedekt:

$$2 \times V_p \leq V \leq 5 \times V_p \quad (1)$$

of

- indien wel delen van het oppervlak zijn afgedekt:

$$50 \times A \leq V \leq 200 \times A \quad (2)$$

waarin:

$V$  = het volume van de uitloogvloeistof in l;

$V_p$  = het volume van het proefstuk  $P_1$  in l;

$A$  = het niet-afgedekte geometrisch oppervlak van het proefstuk  $P_1$  in  $m^2$ .

Het proefstuk moet zo zijn geplaatst dat het aan alle zijden in contact is met het water en het niet-afgedekte deel van het proefstuk ten minste 2 cm is ondergedompeld. Indien meer proefstukken in de bak worden geplaatst, moet de ruimte tussen de proefstukken minimaal 2 cm bedragen.

Sluit de bak of emmer af.

Tap al het water na  $6 \text{ u} \pm 0,5 \text{ u}$  af. Dit is de fractie  $d_1$  uit periode 1. Droog of spoel het proefstuk niet na. Filtreer het afgetapte water over een membraanfilter.

Meet van het aldus verkregen eluaat  $d_1$  de pH ( $\pm 0,1$  pH-eenheid) volgens CMA/2/I/A.1. Noteer de pH-waarde en de temperatuur van het eluaat.

Meet van het aldus verkregen eluaat  $d_1$  de geleidbaarheid ( $\pm 1$  %) volgens CMA/2/I/A.2.

De waarde van de pH en de geleidbaarheid zijn nodig om vast te kunnen stellen of de materiaalmatrix tijdens de proef in oplossing gaat (zie 7.5.1, 7.5.2 en 8.3.3). De waarde van de pH zegt iets over de alkaliniteit van het proefstuk en het verloop van de pH tijdens de diffusieproef geeft een identificatie van de stabiliteit van het onderzochte materiaal. Grote variaties in de pH van de eluaten duiden erop dat het onderzochte materiaal nog niet in evenwicht, of nog niet stabiel is.

Verdeel de eluaatfractie  $d_1$  (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).



**7.4.2 STAP 2 TOT EN MET 8**

Vul onmiddellijk na het aftappen volgens stap 1 de bak of emmer opnieuw met (ultra)puur water. Gebruik tot op  $\pm 1$  % nauwkeurig dezelfde hoeveelheid V als gebruikt in stap 1.

Herhaal de in stap 1 beschreven procedure nog 7 maal volgens het schema in Tabel 1 (de tijdstippen gelden vanaf de onderdompeling).

Tabel 1: Tijdstip waarop het water moet worden ververs

Periode	Tijdstip (in dagen)
1	$0,25 \pm 10 \%$
2	$1 \pm 10 \%$
3	$2,25 \pm 10 \%$
4	$4 \pm 10 \%$
5	$9 \pm 10 \%$
6	$16 \pm 1$
7	$36 \pm 1$
8	$64 \pm 1$

Bepaal tot op 15 min nauwkeurig de verversingstijdstippen (tijdstip waarop de bak net is geleegd) van elke periode n.

Meet van het aldus verkregen eluaat  $d_i$  (met  $i=2$  t.e.m. 8) de pH ( $\pm 0,1$  pH-eenheid) volgens CMA/2/I/A.1. Noteer de pH-waarde en de temperatuur van het eluaat.

Meet van het aldus verkregen eluaat  $d_i$  de geleidbaarheid ( $\pm 1 \%$ ) volgens CMA/2/I/A.2.

**7.5 ANALYSE VAN DE ELUATEN**

Bepaal de concentratie van de op te volgen componenten in alle eluaatfracties  $d_i$  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 7.5 bepaalde concentraties daarvoor worden gecorrigeerd in de berekeningen (8).

Indien de in de eluaten gemeten pH-waarden en geleidbaarheden daartoe aanleiding geven, moeten in ieder geval de componenten Ca, sulfaat en chloride worden bepaald, om op grond daarvan te kunnen nagaan of de materiaalmatrix in oplossing gaat. Om hierover een uitspraak te kunnen doen moeten de volgende berekeningen worden uitgevoerd en moet worden nagegaan of aan de criteria 1 en 2 wordt voldaan.

- Bereken de gemiddelde waarde van de gemeten geleidbaarheden in de stappen 5 en 6 ( $S_{5-6}$ ) in mS/cm;
- Bereken de gemiddelde waarde van de gemeten geleidbaarheden in de stappen 7 en 8 ( $S_{7-8}$ ) in mS/cm;
- Bereken de gemiddelde waarde van de gemeten pH-waarden in de stappen 7 en 8 ( $pH_{7-8}$ ).

**7.5.1 CRITERIUM 1**

Ga na of

$$S_{7-8} > 1.5 \frac{V}{V_p} + 10^{(pH_{7-8}-11.75)} + 10^{(2.5-pH_{7-8})}$$

waarin:

V = het volume van de uitloogvloeistof in l;

V<sub>p</sub> = het volume van het proefstuk P<sub>1</sub> in l;

- Wordt niet voldaan aan criterium 1: dan lost de matrix niet op, en is er geen noodzaak om de componenten Ca, chloride en sulfaat te analyseren;
- Wordt wel voldaan aan criterium 1: ga dan door naar criterium 2 (7.5.2).
- 

**7.5.2 CRITERIUM 2**

Ga na of

$$S_{7-8} > 2 * S_{5-6}$$

- Wordt niet voldaan aan criterium 2: dan lost de materiaalmatrix niet op, en is er geen noodzaak om de componenten Ca, chloride en sulfaat te analyseren.
- Wordt wel voldaan aan criterium 2: analyseer dan Ca, chloride en sulfaat in alle eluaten (zie criterium 3 in 8.3.3).

**7.6 BLANCO TEST**

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

Vul een willekeurig, maar gelijkaardig uitloogrecipiënt volledig met uitloogvloeistof en laat gedurende 24 ± 1 u staan. Collecteer het eluaat (blanco eluaat 1), filtreer, en behandel verder zoals de eluaten in de normale testprocedure (bewaring, conservering, etc.). Vul de uitloogrecipiënt opnieuw volledig met uitloogvloeistof en laat nogmaals staan gedurende 24 ± 1 u. Collecteer het tweede blanco eluaat en filtreer volgens de normale filtratieprocedure. Meet de geleidbaarheid van blanco eluaat 2.

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 bepalingsgrens-eis van de betreffende component;
- de geleidbaarheid van het tweede blanco eluaat moet kleiner zijn dan 5 µS/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 (zagen, boren,...).

## 8 BEREKENINGEN

De gemeten uitloging per fractie, de cumulatief uitgelogde hoeveelheden, het opgetreden uitloogmechanisme, de cumulatieve uitloging per oppervlakte-eenheid, de oppervlakteafspoeling en de bovengrens van de uitloging van componenten, waarvoor geen diffusiebepaalde uitloging kan worden vastgesteld, worden bepaald door voor iedere te onderzoeken component achtereenvolgens:

- De gemeten uitloging per fractie te berekenen volgens 8.1;
- De gemeten, respectievelijk rekenkundig cumulatieve uitloging te berekenen volgens 8.2;
- Het opgetreden uitloogmechanisme te bepalen volgens 8.3;
- De cumulatieve uitloging per oppervlakte-eenheid te berekenen volgens 8.4;
- De oppervlakteafspoeling in combinatie met diffusiebepaalde uitloging te berekenen volgens 8.5;
- De bovengrens van de uitloging te berekenen voor die componenten waarvoor geen diffusiebepaalde uitloging kan worden vastgesteld, volgens 8.6;

Bovengenoemde grootheden hebben geen realiteitswaarde en mogen alleen gebruikt worden voor extrapolaties in de tijd, indien de matrix van het desbetreffende materiaal niet oplost. In 8.3.3 wordt nagegaan of aan deze randvoorwaarde wordt voldaan.

### 8.1 GEMETEN UITLOGING VAN EEN COMPONENT PER FRACTIE

Bereken voor iedere te onderzoeken component afzonderlijk, de gemeten uitloging per fractie met de formule:

$$E_i^* = \frac{c_i \times V}{f \times A} \quad (3)$$

waarin:

- $E_i^*$  = de gemeten cumulatieve uitloging van een component in fractie  $i$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;  
 $c_i$  = de concentratie van die component in fractie  $i$ , in  $\mu\text{g}/\text{l}$ ;  
 $V$  = het volume van het eluaat in  $\text{l}$ ;  
 $A$  = het oppervlak van het proefstuk  $P_1$ , in  $\text{m}^2$ ;  
 $f$  = een omrekeningsfactor ( $f = 1000 \mu\text{g}/\text{mg}$ ).

De in formule (3) bedoelde concentratie  $c_i$  is de oorspronkelijk in het eluaat aanwezige concentratie; de volgens 7.5 bepaalde meetwaarde moet worden gecorrigeerd voor de toegevoegde hoeveelheid conserveringsmiddel indien dit meer bedraagt dan 1 ml per 250 ml eluaat.

Indien de concentratie van een component in een bepaalde eluaatfractie beneden de bepalingsgrens ligt, moeten voor die component twee berekeningen worden uitgevoerd. De bovengrens van  $E_i^*$  wordt berekend door in formule (3)  $c_i$  gelijk te stellen aan de bepalingsgrens; de ondergrens van  $E_i^*$  wordt berekend door in formule (3)  $c_i$  gelijk te stellen aan 0.

## 8.2 GEMETEN EN REKENKUNDIGE CUMULATIEVE UITLOGING VAN EEN COMPONENT

### 8.2.1 GEMETEN CUMULATIEVE UITLOGING

Bereken voor iedere te onderzoeken component afzonderlijk de gemeten cumulatieve uitlogging  $\varepsilon_n^*$  in elk van de periodes  $n = 1$  tot en met  $N$ , waarbij de periode  $n = 1$  duurt vanaf het begin van de proef tot het eerste verversingstijdstip (omvat de fractie  $i = 1$ ), periode  $n = 2$  vanaf het begin van de proef tot het tweede verversingstijdstip (omvat de fracties  $1 + 2$ ), enz... Voer deze berekening uit volgens:

$$\varepsilon_n^* = \sum_{i=1}^n E_i^* \quad \text{voor } n = 1 \text{ tot en met } N \quad (4)$$

waarin:

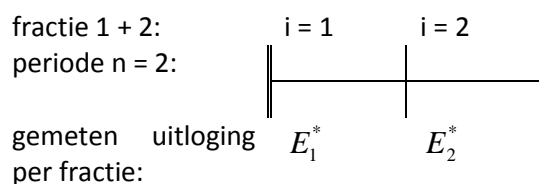
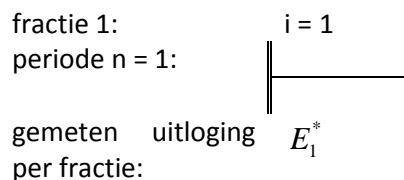
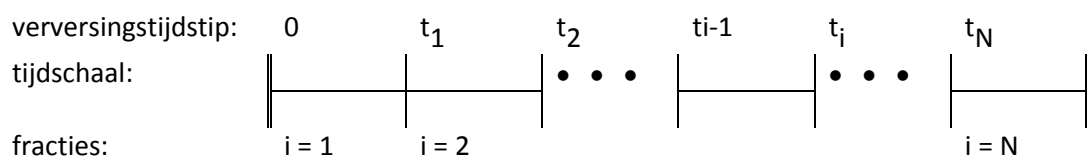
$\varepsilon_n^*$  = de gemeten cumulatieve uitlogging van een component voor periode  $n$  omvattende fractie  $i = 1$  tot en met  $N$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

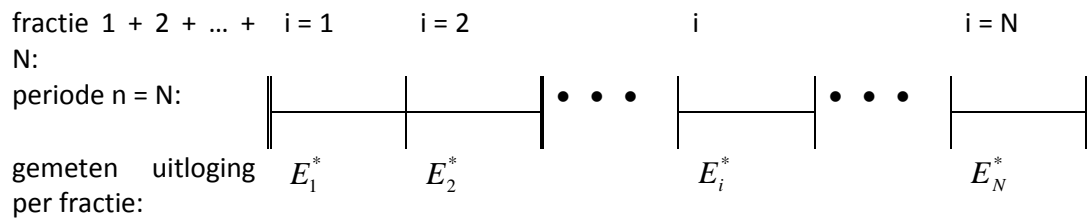
$E_i^*$  = de gemeten uitlogging van die component in fractie  $i$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$N$  = het aantal periodes, gelijk aan het aantal voorgeschreven verversingstijdstippen ( $N = 8$ ).

Indien de concentratie van een component in één of meerdere eluaatfracties beneden de bepalingsgrens ligt, moeten voor die component twee berekeningen worden uitgevoerd. De bovengrens van  $\varepsilon_n^*$  wordt berekend door in formule (4) voor die eluaatfracties, de bovengrens van  $E_i^*$  te hanteren (zie 8.1); de ondergrens van  $\varepsilon_n^*$  wordt berekend door, voor die eluaatfracties, in formule (4) de ondergrens van  $E_i^*$  te hanteren (zie 8.1).

De berekeningswijze kan met de volgende figuur worden toegelicht:





Figuur 1: Schematisch overzicht van termen die in deze norm worden gebruikt bij de bepaling van het uitloggedrag van een proefstuk. De fracties  $i = 1$  tot en met  $i = N$  duiden de opeenvolgende eluaatfracties aan; de periode  $n = x$  komt overeen met de som van het aantal fracties  $i = 1$  tot en met  $i = x$

### 8.2.2 REKENKUNDIGE CUMULATIEVE UITLOGING VAN EEN COMPONENT

Bereken voor iedere te onderzoeken component afzonderlijk de rekenkundige cumulatieve uitloging  $\varepsilon_n$  in elk van de periodes  $n = 1$  tot en met  $N$ , waarbij een periode  $n$  duurt vanaf het begin van de proef tot het  $n$ -de verversingstijdstip (omvat fracties  $i = 1$  tot en met  $i = n$ ).

Voer deze berekening uit volgens:

$$\varepsilon_n = E_i^* \cdot \frac{\sqrt{t_i}}{\sqrt{t_i} - \sqrt{t_{i-1}}} \quad \text{voor } n = 1 \text{ tot en met } N \quad (5)$$

waarin:

$\varepsilon_n$  = de rekenkundige cumulatieve uitloging van een component voor periode  $n$  omvattende fractie  $i = 1$  tot en met  $i = n$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$E_i^*$  = de gemeten uitloging van die component in fractie  $i$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$t_i$  = het verversingstijdstip van fractie  $i$ , m.a.w. tijdstip einde van fractie  $i$ , in s;

$t_{i-1}$  = het verversingstijdstip van fractie  $i-1$ , m.a.w. tijdstip begin van fractie  $i$ , in s.

In de gemeten cumulatieve uitloging  $\varepsilon_n^*$ , wordt steeds de gemeten uitloging van vorige periodes meegenomen. Dit betekent dat eventuele afwijkingen in een periode (bijvoorbeeld afspoeleffecten) doorwerken in de volgende periodes, wat de interpretatie kan bemoeilijken.

Bij de rekenkundige cumulatieve uitloging  $\varepsilon_n$ , wordt alleen op basis van de gemeten uitloging in periode  $i$  de cumulatieve uitloging tot en met de periode  $i$  bepaald. Deze waarden kunnen worden gebruikt om te beoordelen of de uitloging door diffusie wordt bepaald (zie 8.3). Door de rekenkundige uitloging te vergelijken met de gemeten waarden van de uitloging wordt tevens inzicht verkregen of afspoeleffecten, oplossing en/of uitputting van een component is opgetreden. Indien er inderdaad sprake is van door diffusie bepaalde uitloging, geeft het verloop van  $\varepsilon_n$  een correcte schatting voor het diffusie-aandeel in de uitloging.

### 8.3 BEPALING VAN HET (DE) OPGETREDEN UITLOGMECHANISME(N) BIJ DE DIFFUSIEPROEF

Voer de procedure van deze paragraaf uit, voor elk van de te onderzoeken componenten. Stel hierbij vast, op basis van de uitloging van componenten als bedoeld in 7.5, of de materiaalmatrix van het proefstuk tijdens de uitvoering van de proef bezig was op te lossen. Ga, indien dat niet het geval was, voor alle afzonderlijke componenten na of de uitloging diffusie-bepaald verliep of dat (ook) andere uitlogmechanismen een rol speelden..

Ter ondersteuning en controle van de verdere beoordeling en de berekening van het uitloggedrag verdient het aanbeveling de in 8.1 en 8.2 bepaalde cumulatieve uitloging grafisch weer te geven

(zie annex D). Zet hiertoe voor alle te onderzoeken componenten de logaritme van de rekenkundige cumulatieve uitlogingen grafisch uit tegen de logaritme van de tijd  $t_i$  voor  $n = 1$  tot en met  $N$  om een visuele inspectie van de meetgegevens mogelijk te maken. Zet in dezelfde grafiek ook de logaritme van de gemeten cumulatieve uitlogging  $\varepsilon_n^*$  uit.

### 8.3.1 INDELING IN DEELTRAJECTEN

Gropeer de eluaatfracties, die in de perioden 1 t.e.m. 8 zijn opgevangen, als volgt:

Rangorde	Eluaatfracties	Deeltraject a – b
1.	Fracties 2 t.e.m. 7	Deeltraject 2-7
2.	Fracties 5 t.e.m. 8	Deeltraject 5-8
3.	Fracties 4 t.e.m. 7	Deeltraject 4-7
4.	Fracties 3 t.e.m. 6	Deeltraject 3-6
5.	Fracties 2 t.e.m. 5	Deeltraject 2-5
6.	Fracties 1 t.e.m. 4	Deeltraject 1-4

Analyseer de uitloggegevens volgens de procedure van 8.3.2, te beginnen bij het eerstgenoemde deeltraject 2-7, vervolgens deeltraject 5-8, en zo verder. Houd bij iedere component steeds de bovenstaande volgorde aan.

Opmerking 5 : Deeltraject 2-7 is te beschouwen als een 'totaaltraject' voor de gehele diffusieproef, waarbij de eerste fractie niet wordt meegenomen om interpretatiefouten bij de analyse ten gevolge van eventuele afspoeffecten te elimineren. De laatste fractie maakt ook geen deel uit van dit totaaltraject om uitputting van een bepaalde component zoveel mogelijk uit te stellen.

De methode van vaststellen van het bij de diffusieproef opgetreden uitloogmechanisme is als volgt opgebouwd:

Eerst worden de eluaatfracties die in de perioden 1 t.e.m. 8 zijn opgevangen en geanalyseerd, ingedeeld in trajecten die lang genoeg zijn om het opgetreden uitloogmechanisme te kunnen vaststellen;

Voor alle te bepalen componenten en voor elk van de volgens a) ingedeelde trajecten worden de concentratiefactor (CF), de richtingscoëfficiënt (rc) van de lineaire regressielijn van  $\log \varepsilon$  versus  $\log t$  en de standaardafwijking van de richtingscoëfficiënt ( $sd_{rc}$ ) bepaald en in een tabel geplaatst (zie 8.3.2);

Vervolgens wordt, op basis van deze gegevens, gecontroleerd of de materiaalmatrix niet oplost (zie 8.3.3). Indien het proefstuk (de materiaalmatrix) wel oplost, dan kan de uitlogging uit dit proefstuk niet worden bepaald met de diffusieproef.

Lost de materiaalmatrix niet op, dan wordt voor alle componenten, per traject, nagegaan of er al dan niet sprake is van diffusiebepaald uitlooggedrag (zie 8.3.4). Het eerste traject volgens de onder a) aangegeven rangorde, waarvoor diffusiebepaald uitlooggedrag kan worden vastgesteld is het uitloogmechanisme-bepalende traject;

Tevens wordt vastgesteld of er, naast diffusie, nog andere uitloogmechanisme een rol spelen;

Als er voor bepaalde componenten geen diffusiebepaalde uitlogging uit het proefstuk kan worden vastgesteld (en er geen sprake is van oplossen van de materiaalmatrix), dan kan een inschatting worden gemaakt van de bovengrens van de uitlogging.

**8.3.2 TRAJECTANALYSE PER COMPONENT**

Voer voor elke te onderzoeken component een trajectanalyse uit op de volgende wijze:

**STAP 1:**

Bepaal van elk deeltraject a – b de concentratiefactor  $CF_{a-b}$ :

$$CF_{a-b} = \frac{\text{gemiddelde concentratie in het deeltraject}}{\text{onderste bepalingsgrens}} \quad (6)$$

Indien in alle fracties van het deeltraject a-b de gemeten concentraties hoger zijn dan de bepalingsgrens voor die component én de factor  $CF_{a-b}$  voor een component  $\geq 1,5$ , ga verder met Stap 2. Indien dit niet het geval is, kan voor die component in desbetreffende deeltraject geen uitloogmechanisme worden vastgesteld.

Opmerking 6 : Indien voor een deeltraject de factor  $CF_{a-b}$  voor de onderzochte component kleiner is dan 1,5, dan zijn de gemeten concentraties in dat deeltraject te laag om het uitloogmechanisme te kunnen bepalen. Ook indien in één van de fracties van het deeltraject de concentratie lager is dan de bepalingsgrens, kan niet worden vastgesteld of de uitloging diffusiebepaald verloopt.

**STAP 2:**

Bepaal met lineaire regressie van de relatie  $\log \varepsilon_n - \log t_i$ , (met  $i = n$ ), waarbij de rekenkundige cumulatieve uitloging  $\varepsilon_n$  wordt gebruikt, voor alle genoemde deeltrajecten de richtingscoëfficiënt  $rc$  en de bijbehorende, uit de regressie-analyse berekende, standaardafwijking  $sd_{rc}$ .

De concentratiefactoren, richtingscoëfficiënten en de standaardafwijkingen kunnen overzichtelijk worden weergegeven op een wijze als in Tabel 2, ter ondersteuning en vereenvoudiging van de beoordeling en verdere bewerkingen van de resultaten van de proef.

Tabel 2: Overzicht van de concentratiefactoren, richtingscoëfficiënten en standaardafwijkingen, zoals bepaald in de onderscheiden deeltrajecten

Deeltraject a – b	$CF_{a-b}$	$rc$	$sd_{rc}$
Deeltraject 2-7			
Deeltraject 5-8			
Deeltraject 4-7			
Deeltraject 3-6			
Deeltraject 2-5			
Deeltraject 1-4			

**8.3.3 BEPALING OF DE MATERIAALMATRIX OPLOST**

De bepaling van het uitloogmechanisme en de kwantificering van de uitloging per component hebben alleen realiteitswaarde en mogen alleen gebruikt worden voor extrapolaties in de tijd, indien de matrix van het onderzochte materiaal niet oplost.

In 7.5 is aan de hand van 2 criteria nagegaan of in principe het geval zou kunnen zijn.

Indien in 7.5 niet aan beide criteria is voldaan, dan lost de matrix niet op. Ga in dat geval door naar 8.3.4.

Indien in 7.5 wel aan beide criteria is voldaan, ga dan, aan de hand van de in 8.3.2 berekende grootheden voor calcium, chloride en sulfaat na of aan criterium 3 wordt voldaan:

**Criterium 3:**

Ga na of voor tenminste 2 van de 3 bovennoemde componenten geldt dat  $CF_{5-8} > 3$  en dat  $rc > 0,8$ .

Indien niet aan criterium 3 wordt voldaan, dan lost de matrix niet op. Ga in dat geval door naar 8.3.4.

Indien wel aan criterium 3 wordt voldaan, dan lost de materiaalmatrix wel op. In dat geval kan de uitloging uit dit proefstuk niet worden bepaald met de diffusieproef.

Opmerking 7 : Aan dit criterium zullen voornamelijk gipsproducten en bepaalde materialen met een hoog zoutgehalte voldoen.

Indien de materiaalmatrix oplost, kunnen alleen schattingen van de bovengrens voor uitloging verkregen worden door het uitvoeren van de kolomproef CMA/2/II/A.9.1

### 8.3.4 BEPALING OF DE VERSCHILLENDE COMPONENTEN DIFFUSIEBEPAALD UITLOGEN, OF DAT (OOK) ANDERE UITLOGMECHANISMEN EEN ROL SPELEN

Op basis van de in 8.3.2 berekende concentratiefactoren ( $CF_{a-b}$ ), richtingscoëfficiënten ( $rc$ ) en standaardafwijkingen van de  $rc$  ( $s_{drc}$ ) kan worden bepaald welk(e) uitlogmechisme(n) een rol spelen bij de emissie van de verschillende componenten uit het onderzochte proefstuk(ken). Hiervoor wordt met name gebruik gemaakt van de richtingscoëfficiënt van de lineaire regressielijn door de gegevenspunten, uitgezet als  $\log \varepsilon_n - \log t_i$ . Wel geldt als randvoorwaarde dat de standaarddeviatie van de richtingscoëfficiënt aan bepaalde eisen moet voldoen. Bij volledig diffusiegecontroleerd gedrag in de richtingscoëfficiënt exact 0,5.

De betekenis van richtingscoëfficiënten van de afzonderlijke deeltrajecten is samengevat in Tabel 3:

Tabel 3: betekenis van de richtingscoëfficiënten van de afzonderlijke deeltrajecten

(Deel)traject	Richtingscoëfficiënt		
	< 0,35	>0,35 en $\leq 0,65$	> 0,65
Deeltraject 2-7	oppervlakte-afspoeling	diffusie	oplossing
Deeltraject 5-8	uitputting	diffusie	oplossing
Deeltraject 4-7	uitputting	diffusie	oplossing
Deeltraject 3-6	uitputting	diffusie	oplossing
Deeltraject 2-5	uitputting	diffusie	oplossing
Deeltraject 1-4	oppervlakte-afspoeling	diffusie	oplossing

**STAP 1:**

Bepaal per parameter in alle deeltrajecten, te beginnen bij deeltraject 2-7 en in de aangegeven volgorde (van boven naar beneden in Tabel 3), of het uitlogmechisme diffusiebepaald is op grond van de criteria in Tabel 4. Hierbij geldt het eerste deeltraject waarop voor een parameter diffusiebepaalde uitloging wordt vastgesteld, als het uitlogmechisme-bepalende traject voor die parameter.



Tabel 4: criteria voor concentratiefactor, richtingscoëfficiënt en standaardafwijking in deeltraject a-b

	CF <sub>a-b</sub>	rc	sd <sub>rc</sub>
Criterium	CF <sub>a-b</sub> ≥ 1,5	0,35 < rc ≤ 0,65	sd <sub>rc</sub> ≤ 0,5

Indien aan bovenstaand criterium wordt voldaan, dan kan de diffusiebepaalde uitloging van de desbetreffende parameter worden berekend met behulp van de formules in 8.4 hieronder.

Indien, naast diffusiebepaalde uitloging, ook sprake is van oppervlakte-afspoeling in het deeltraject 1-4, kan deze oppervlakte-afspoeling worden gekwantificeerd met de formule in 8.5 hieronder.

### STAP 2:

Indien voor een zekere parameter op geen enkel deeltraject een diffusiebepaalde uitloging kan worden vastgesteld (en het materiaal volgens de criteria van 8.3.3 niet oplost), dan wordt voor die parameter een bovengrens voor uitloging berekend. Ga hiervoor naar 8.6, waarin voor diverse situatie formules worden gegeven, afhankelijk van het optredende uitloogmechanisme.

In BIJLAGE D zijn enkele bijzondere gevallen grafisch weergegeven: uitputtingsverschijnselen in Figuur D.2, oppervlakteafspoeling in figuur D.4 en chemische veranderingen in het materiaal in de figuren D.3, D.5 en D.6.

## 8.4 BEREKENING VAN DE DIFFUSIEBEPAALED UITLOGING VAN EEN COMPONENT PER OPPERVLAKTE-EENHEID

De berekening van de uitloging van een component per oppervlakte-eenheid moet in alle gevallen worden uitgevoerd, waarin voor de desbetreffende component bij de trajectanalyse volgens 8.3.4 diffusiebepaalde uitloging is vastgesteld.

De rekenkundige uitloging van een component per oppervlakte-eenheid over een willekeurig tijdsinterval kan worden bepaald met de formule:

$$\varepsilon_{x,y} = \left\{ \sqrt{t_y} - \sqrt{t_x} \right\} \left\{ \prod_{i=a}^b \frac{E_i^*}{\sqrt{t_i} - \sqrt{t_{i-1}}} \right\}^{\frac{1}{1+b-a}} \quad (7)$$

waarin:

$\varepsilon_{x,y}$  = rekenkundige uitloging van een component tussen de tijdstippen  $t_x$  en  $t_y$ , in mg/m<sup>2</sup>

$E_i^*$  = gemeten uitloging van die component in fractie  $i$ , in mg/m<sup>2</sup>

$t_x$  = begintijdstip van het te beschouwen interval ten opzichte van het begin van de proef, in dagen

$t_y$  = eindtijdstip van het te beschouwen interval ten opzichte van het begin van de proef, in dagen

$t_i$  = het eindtijdstip van fractie  $i$ , welke onderdeel is van het deeltraject a-b, waarvoor diffusie is vastgesteld, ten opzichte van het begin van de proef, in dagen

$t_{i-1}$  = begintijdstip van fractie  $i$ , welke onderdeel is van het deeltraject a-b, waarvoor diffusie is vastgesteld, ten opzichte van het begin van de proef, in dagen

$a, b$  = dimensieloze indices waarmee een traject a-b, waarvoor een diffusiemechanisme is vastgesteld wordt aangegeven

De productformule is een maat voor de gemiddelde uitloogsnelheid, rekening houdend met het diffusie-bepaald karakter van het uitloogproces. De uitloging is immers gecorrigeerd via de wortel uit de tijd. Deze wijze van middelen leidt in feite tot een berekende, gemiddelde negatieve

logaritme van de effectieve diffusiecoëfficiënt ( $\rho D_e$ ). Voor het bepalen van de gemiddelde effectieve diffusiecoëfficiënt  $D_e$  wordt verwezen naar BIJLAGE B.

Opmerking 8 : Indien, als voorbeeld, een diffusie-gecontroleerd mechanisme is vastgesteld in traject 2-7, dan moet de productfunctie worden ingevuld met  $a=2$  en  $b=7$ :

$$\left\{ \prod_{i=2}^7 U_i \right\}^{\frac{1}{6}} = \left\{ U_2 \times U_3 \times U_4 \times U_5 \times U_6 \times U_7 \right\}^{\frac{1}{6}} \quad \text{waarin } U_i = \frac{E_i^*}{\sqrt{t_i} - \sqrt{t_{i-1}}} \quad (8)$$

Bereken voor iedere te onderzoeken component afzonderlijk de rekenkundige cumulatieve uitloging per oppervlakte-eenheid over 64 dagen,  $\varepsilon_{64}$ , met de formule:

$$\varepsilon_{64} = \left\{ \sqrt{64} \right\} \left\{ \prod_{i=a}^b \frac{E_i^*}{\sqrt{t_i} - \sqrt{t_{i-1}}} \right\}^{\frac{1}{1+b-a}} \quad (9)$$

waarin:

$\varepsilon_{64}$  = rekenkundige cumulatieve uitloging van een component over 64 dagen, in  $\text{mg}/\text{m}^2$

$E_i^*$  = gemeten uitloging van die component in fractie  $i$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$

$t_i$  = eindtijdstip van deeltraject  $i$ , waarvoor diffusie is vastgesteld, ten opzichte van het begin van de proef, in dagen

$t_{i-1}$  = begintijdstip van deeltraject  $i$ , waarvoor diffusie is vastgesteld, ten opzichte van het begin van de proef, in dagen

$a, b$  = dimensieloze indices waarmee een traject  $a$ - $b$ , waarvoor een diffusiemechanisme is vastgesteld, wordt aangegeven

Bereken ook voor iedere te onderzoeken component afzonderlijk de gemeten cumulatieve uitloging per oppervlakte-eenheid over 64 dagen,  $\varepsilon_{64}^*$  met de formule:

$$\varepsilon_{64}^* = \sum_{i=1}^N E_i^* \quad (10)$$

waarin:

$\varepsilon_{64}^*$  = gemeten cumulatieve uitloging van een component over 64 dagen, in  $\text{mg}/\text{m}^2$

$E_i^*$  = gemeten uitloging van die component in fractie  $i$ , in  $\text{mg}/\text{m}^2$

$N$  = aantal periodes, gelijk aan het aantal voorgeschreven verversingstijdstippen ( $N=8$ )

Indien de gemeten cumulatieve uitloging over 64 dagen ( $\varepsilon_{64}^*$ ) berekend volgens bovenstaande formule, kleiner is dan de rekenkundige cumulatieve uitloging, en bovendien de richtingscoëfficiënten in de deeltrajecten 3-6 en 4-7 kleiner zijn dan 0,35, wordt de gemeten cumulatieve emissie over 64 dagen beschouwd als bovengrens.

## 8.5 BEREKENING VAN DE OPPERVLAKTEAFSPOELING IN COMBINATIE MET DIFFUSIE-BEPAALENDE UITLOGING

$$\varepsilon_{afsp,0-2} = E_1^* + E_2^* - \varepsilon_{64}^* \sqrt{(1/64)} \quad (11)$$

waarin:

$\varepsilon_{afsp,0-2}$  = afgespoelde hoeveelheid, indien groter dan 0, in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$E_1^*$  = gemeten uitloging in fractie 1 (1/4 dag), in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$E_2^*$  = gemeten uitloging in fractie 2 (1 dag), in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;

$\varepsilon_{64}$  de met formule (9) berekende, uitgelogde hoeveelheid van de desbetreffende component door diffusie over 64 dagen, in  $\text{mg}/\text{m}^2$ .

Opmerking 9 : Voor een grafische voorstelling van deze vorm van uitloging: zie annex D figuur D.4.

## 8.6 BEPALING VAN DE BOVENGRENNS VOOR UITLOGING VAN COMPONENTEN WAARVOOR GEEN DIFFUSIE KAN WORDEN VASTGESTELD

Indien de materiaalmatrix niet oplost, kan voor bepaalde componenten waarvoor bij de trajectanalyse geen diffusie kan worden vastgesteld, toch een schatting van de lange termijn uitloging worden gemaakt door toepassing van de vergelijkingen voor diffusie-bepaalde uitloging. De berekening van de bovengrens voor uitloging van een component per oppervlakte-eenheid moet alleen dan worden uitgevoerd, wanneer de desbetreffende component volgens 8.3.4 niet-diffusiebepaald uitloopt en de materiaalmatrix volgens 8.3.3 niet oplost.

De genoemde voorwaarden en bijhorende berekeningen moeten in de hierna aangegeven volgorde worden nagegaan, respectievelijk uitgevoerd.

### 8.6.1 DE CONCENTRATIEFACTOR $CF_{1-8}$ IS KLEINER DAN 1,5

Indien de concentratiefactor  $CF_{1-8}$  kleiner is dan 1,5 wordt de bovengrens van de cumulatieve emissie over 64 dagen berekend met de formule:

$$\varepsilon_{64} = \varepsilon_{1-8}^* \quad (12)$$

waarin  $\varepsilon_{1-8}^*$  wordt berekend volgens 8.1 en 8.2.1, waarbij in 8.1, formule (3) voor  $c_i$  wordt gelijkgesteld aan de bepalingsgrens.

De bovengrens voor de uitloging over een periode T vanaf het begin van de uitloging wordt dan berekend met de formule:

$$\varepsilon_T = \varepsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)} \quad (13)$$

waarin:

$\varepsilon_T$  bovengrens van de uitloging van een component over een periode T, in  $\text{mg}/\text{m}^2$   
 T duur van de periode, in dagen

### 8.6.2 AFSPOELING GEVOLGD DOOR LAGE CONCENTRATIES IN VOLGENDE FRACTIES

Indien bij de trajectanalyse volgens 8.3.4 blijkt dat afspoeling is opgetreden, gevolgd door lage concentraties in volgende fracties, wordt de bovengrens voor de uitloging over een periode T vanaf het begin van de uitloging berekend met de formule:

$$\varepsilon_T = \varepsilon_{1-2}^* + \varepsilon_{3-8}^* \times \frac{\sqrt{T} - \sqrt{1}}{\sqrt{64} - \sqrt{1}} \quad (14)$$

waarin:

$\varepsilon_T$  bovengrens van de uitloging van een component over een periode T, in  $\text{mg}/\text{m}^2$   
 $\varepsilon_{1-2}^*$  gemeten cumulatieve uitloging over deeltraject 1-2, in  $\text{mg}/\text{m}^2$   
 $\varepsilon_{3-8}^*$  gemeten cumulatieve uitloging over deeltraject 3-8 (bovengrens, zie 8.1), in  $\text{mg}/\text{m}^2$   
 T duur van de periode, in dagen

Opmerking 10 : Formule (14) voor de afspoeling geldt indien in het traject 1-4 zowel de richtingscoëfficiënt kleiner is dan 0,35 en bovendien de concentraties goed meetbaar zijn, terwijl in het traject 5-8 de concentraties niet goed meetbaar zijn. Extrapolatie van de gemeten uitloging volgens een diffusiebepaalde uitloging zal een overschatting geven van de werkelijke uitloging. Het is echter niet correct om de initiële afspoeling te extrapoleren met de formule voor diffusiebepaalde uitloging; in plaats daarvan zou de afspoeling moeten worden opgeteld bij de diffusiebepaalde uitloging.

### 8.6.3 SCHIJNBARE UITPUTTING/VERSCHILLENDE CHEMISCHE VORMEN

Indien bij de trajectanalyse volgens 8.3.4 voor een component blijkt dat voor tenminste twee van de trajecten 3-6 en/of 4-7 en/of 5-8 de richtingscoëfficiënt kleiner is dan 0,35 en de concentratiefactor groter is dan 1,5, dan is er sprake van schijnbare uitputting van deze component.

Er is ook sprake van schijnbare uitputting indien, na een initiële afspoeling, goed meetbare concentraties in de volgende fracties worden gevonden (in tegenstelling tot de situatie beschreven in 8.6.1). Extrapolatie van de cumulatief gemeten uitloging zal een overschatting geven van de werkelijke uitloging. Het is echter niet correct om de initiële afspoeling mee te extrapoleren met de formule voor diffusiebepaalde uitloging.

Opmerking 11 : De inerte componenten kenmerken zich door de laagste  $pD_e$ -waarden in de betreffende matrix, terwijl de overige componenten altijd een hogere  $pD_e$  hebben. Dat betekent dat bij inerte componenten uitputting altijd eerder gaat optreden dan bij andere componenten. Het optreden van een  $rc < 0,35$  in een dergelijk geval kan derhalve alleen worden verklaard uit het feit dat chemische omstandigheden veranderen, waardoor er een sprong optreedt naar, bijvoorbeeld, een ander diffusieniveau of dat een mobielere chemische vorm uitgeput raakt, terwijl een andere uitloobbare vorm van de betreffende component in de matrix (beter) gebonden blijft.

De bovengrens voor de uitloging over een periode T vanaf het begin van de uitloging wordt dan berekend met de formule:

$$\varepsilon_T = \varepsilon_{1-2}^* + \varepsilon_{3-8}^* \times \frac{\sqrt{T} - \sqrt{1}}{\sqrt{64} - \sqrt{1}} \quad (15)$$

waarin:

$\varepsilon_T$	bovengrens van de uitloging van een component over een periode T, in $\text{mg}/\text{m}^2$
$\varepsilon_{1-2}^*$	<u>gemeten</u> cumulatieve uitloging over deeltraject 1-2, in $\text{mg}/\text{m}^2$
$\varepsilon_{3-8}^*$	<u>gemeten</u> cumulatieve uitloging over deeltraject 3-8 (bovengrens, zie 8.1), in $\text{mg}/\text{m}^2$
T	duur van de periode, in dagen

### 8.6.4 OPLOSSEN

Indien de richtingscoëfficiënt voor de betreffende component voor het totaaltraject (2-7) groter is dan 0,65 (volgens 8.3.4, stap 1), wordt de uitloging over 64 dagen bepaald volgens:

$$\varepsilon_{64} = \varepsilon_{1-8}^* \quad (16)$$

$\varepsilon_{1-8}^*$  wordt bepaald volgens 8.1 en 8.2.1, waarbij in 8.1, formule (3) voor  $c_i$  wordt gelijkgesteld aan de bepalingsgrens indien de concentratie van een component in een fractie lager is dan de bepalingsgrens (= bovengrens van  $\varepsilon_n^*$ ).

De bovengrens voor de uitloging over een periode T vanaf het begin van de uitloging is dan:

$$\varepsilon_T = 2 \times \varepsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)} \quad (17)$$

waarin:

$\varepsilon_T$	bovengrens van de uitloging van een component over een periode T, in mg/m <sup>2</sup>
$\varepsilon_{1-8}^*$	<u>gemeten</u> cumulatieve uitloging over de totale duur van de proef, in mg/m <sup>2</sup>
T	duur van de periode, in dagen

Indien de richtingscoëfficiënt groter is dan 0,65, is sprake van oplossen van de component. Dit lijkt strijdig met de vaststelling dat het proefstuk diffusiebepaald uitloopt. Dit hoeft echter niet in alle gevallen zo te zijn. Wel kan geconcludeerd worden dat, gelet op het uitloggedrag van de materiaalmatrix, het oplossen van de desbetreffende component geen permanent karakter hebben.

Het is slechts mogelijk dat sprake is van het oplossen uit alleen de buitenlaag van het proefstuk. Ook kan de richtingscoëfficiënt > 0,5, zijn indien bij lage concentraties de spreiding en chemische invloed van andere componenten relatief groot is. In de formule voor de extrapolatie is een factor 2 opgenomen. Enerzijds is hierin verrekend dat het oplosgedrag in het beginstadium tot een hogere emissie over een langere termijn leidt dan diffusiebepaald gedrag; anderzijds is deze verhoging beperkt, aangezien het proefstuk zelf niet oplost.

### 8.6.5 GROTE SPREIDING IN GEMETEN CONCENTRATIES

Indien de gemeten concentraties een zodanige spreiding vertonen ( $sd_{rc} > 0,5$ ), is geen bepaling van de richtingscoëfficiënt mogelijk volgens 8.3.2, stap 2. In dat geval wordt de uitloging over 64 dagen berekend met de formule:

$$\varepsilon_{64} = \varepsilon_{1-8}^* \quad (18)$$

waarin  $\varepsilon_{1-8}^*$  wordt berekend volgens 8.1 en 8.2.1, waarbij in 8.1, formule (3) voor  $c_i$  wordt gelijkgesteld aan de bepalingsgrens indien de concentratie van een component in een fractie lager is dan de bepalingsgrens (= bovengrens van  $\varepsilon_n^*$ ).

De bovengrens voor de uitloging over een periode T vanaf het begin van de uitloging is dan:

$$\varepsilon_T = 5 \times \varepsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)} \quad (19)$$

waarin:

$\varepsilon_T$	bovengrens van de uitloging van een component over een periode T, in mg/m <sup>2</sup>
$\varepsilon_{1-8}^*$	<u>gemeten</u> cumulatieve uitloging over de totale duur van de proef, in mg/m <sup>2</sup>
T	duur van de periode, in dagen

Tijdens het validatieonderzoek is nagegaan hoe groot de afwijking in de waarde van  $pD_e$  kan zijn wanneer  $sd_{rc} > 0,5$ . In dat geval kan de richtingscoëfficiënt  $rc$  oplopen tot 1,5, zodat de waarde van  $pD_e$  een gehele eenheid  $\log(m^2/s)$  lager wordt vastgesteld. Dit komt overeen met een 10 maal zo hoge diffusiecoëfficiënt, hetgeen een ruim 3 maal zo hoge uitloging betekent. Omdat binnen de meetperiode van de diffusieproef de waarde van  $pD_e$  soms nog verder afneemt door veranderingen in de chemische omstandigheden (bijvoorbeeld bij uitloging van lood uit een reducerend materiaal), is in de formule voor  $\varepsilon_T$  een factor 5 gehanteerd als de te beschouwen bovengrens.

### 8.6.6 OVERZICHT VAN SITUATIES WAARIN EEN BOVENGREN VAN DE UITLOGING KAN WORDEN BEREKEND

In Tabel 5 wordt een overzicht gegeven van de te gebruiken formules voor de berekening van de bovengrens voor uitloging indien geen sprake is van diffusie, en indien de materiaalmatrix niet oplost.

Tabel 5: berekening van de bovengrens van de uitloging van een component in bijzondere gevallen

Omschrijving	Criteria <sup>a</sup>	Formule voor de berekening van $\varepsilon_T$ <sup>a</sup>
Gemeten, gemiddelde concentratie in alle fracties te laag	$CF_{1-8} < 1,5$	$\varepsilon_T = \varepsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)}$
Afspoeling in eerste twee deeltrajecten, daarna gemeten concentraties te laag	$CF \geq 1,5$ en $rc < 0,35$ voor traject 1-4, en $CF_{3-8} < 1,5$ voor traject 3-8	$\varepsilon_T = \varepsilon_{1-2}^* + \varepsilon_{3-8}^* \times \frac{\sqrt{T} - \sqrt{1}}{\sqrt{64} - \sqrt{1}}$
Schijnbare uitputting of verschillende chemische vormen	$rc < 0,35$ en $CF \geq 1,5$ voor tenminste 2 van de trajecten 3-6 en/of 4-7 en/of 5-8	$\varepsilon_T = \varepsilon_{1-2}^* + \varepsilon_{3-8}^* \times \frac{\sqrt{T} - \sqrt{1}}{\sqrt{64} - \sqrt{1}}$
Oplossen over het traject 2-7	$rc > 0,65$ voor traject 2.7	$\varepsilon_T = 2 \times \varepsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)}$
Grote spreiding in alle deeltrajecten	$sd_{rc} > 0,5$ voor deeltraject 3-6, 4-7, 5-8	$\varepsilon_T = 5 \times \varepsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)}$
<sup>a</sup> De grootheden hebben volgende betekenis: $CF_{a-b}$ concentratiefactor in deeltraject a-b $rc$ richtingscoëfficiënt van het desbetreffende traject $sd_{rc}$ standaardafwijking van de richtingscoëfficiënt van het desbetreffende traject $\varepsilon_T$ bovengrens van de uitloging van een component over een periode T, in $mg/m^2$ $\varepsilon_{a-b}^*$ gemeten cumulatieve uitloging over de desbetreffende deeltrajecten a-b, in $mg/m^2$ T duur van de periode, in dagen		

## 9 KWALITEITSCONTROLE

- Waterkwaliteit conform de gestelde eisen in §5.
- Temperatuur van het laboratorium conform de gestelde eis in §7.4.
- 1x/2 maanden (als er proeven lopen) wordt een procedure blanco volgens 7.6 uitgevoerd.
- 1 à 3x/jaar (frequentie afstemmen op aantal uitgevoerde proeven) wordt een reël controlemonster uitloging opgestart. Hierbij worden minimaal pH en geleidbaarheid opgevolgd, alsook min. 2 relevante parameters, met concentratieniveau minimaal 2 x groter dan de bepalingsgrens.

## 10 VERSLAG

Het verslag moet ten minste de volgende gegevens bevatten:

- verwijzing naar de referenties in het CMA, indien de diffusie- en beschikbaarheidsproef niet volledig conform werden uitgevoerd, moeten alle afwijkingen gemotiveerd worden zodat mag niet naar de referenties verwezen worden;
- dimensies en geometrisch oppervlak, de volumieke massa (in  $kg$  droge stof/ $m^3$ ) van het proefstuk;
- eventueel andere relevante informatie van het proefstuk en/of relevante staalvoorbehandeling (boren, snijden, zagen, ...). Indien het proefstuk specifiek voor deze proef werd gevormd door verharding van een mengsel van diverse grondstoffen en bindmiddelen, dient de

aanmaakdatum en testdatum vermeld te worden (het proefstuk mag slechts na 28 dagen verharding onderzocht worden);

- de pH en geleidbaarheid van het eluaat, per fractie;
- de toetsing aan 3 criteria inzake oplosgedrag van de materiaalmatrix (cfr punten 7.5 en 8.3.3)
- de onderzochte componenten (inclusief inerte componenten) en hun bepalingsgrenzen;
- de gemeten concentraties, de gemeten cumulatieve uitloging over 64 dagen ( $\epsilon_{64}^*$ ) en de berekende cumulatieve uitloging over 64 dagen ( $\epsilon_{64}$ ) in  $\text{mg}/\text{m}^2$  per component;
- bepaling van het opgetreden uitloogmechanisme via de richtingscoëfficiënten met bijhorende standaardafwijking van totaal- en deeltrajecten in de uitloging-tijd-grafiek (logaritme van de rekenkundige cumulatieve uitloging vs. logaritme van de tijd) voor elk van de onderzochte componenten;
- het start-en eindpunt van het uitloogmechanisme-bepalende traject, indien de desbetreffende component diffusiebepaald uitloogt;
- het resultaat van het onderzoek naar het plaatsvinden van het al dan niet oplossen van het proefstuk;
- de eventueel opgetreden oppervlakte-afspoeling van de onderzochte componenten, in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;
- de eventueel berekende bovengrens voor uitloging over een periode van 64 dagen en 100 jaar (36500 dagen, voor metalen) en/of 1 jaar (365 dagen, voor anionen) in bijzondere gevallen van uitloging van één of meer componenten, in  $\text{mg}/\text{m}^2$ ;
- berekening van de gemiddelde effectieve diffusiecoëfficiënt in  $\text{m}^2/\text{s}$  van componenten met een diffusiebepaalde uitloging;
- de voor uitloging maximale beschikbaarheid van de onderzochte componenten, zoals bepaald volgens CMA/2/II/A.9.3 (inclusief inerte componenten);
- berekening van de immissie over 100 jaar, in  $\text{mg}/\text{m}^2$  bodem/100 jaar. Voor anionen wordt de immissie berekend over een termijn van 1 jaar.

## 11 REFERENTIES

NEN 7375 (2004) Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de uitloging van anorganische componenten uit vormgegeven en monolitische materialen met een diffusieproef - Vaste grond- en steenachtige materialen

**BIJLAGE A****TOELICHTING OP DE VOORGESCHREVEN PROEFSTUKKEN EN DE BEPALING VAN HET GEOMETRISCH OPPERVLAK****A.1 Toelichting proefstukken**

Het verdient aanbeveling ten minste drie proefstukken beschikbaar te hebben, waarvan er twee voldoen aan de afmetingseisen, omdat soms aanvullend onderzoek nodig kan blijken. Het derde proefstuk is nodig voor het uitvoeren van de beschikbaarheidsproef en wordt daartoe eerst fijngemalen.

In het algemeen zal de diffusie worden bepaald op basis van de uitloging vanuit het gehele proefstuk. Dit kan een exemplaar van een origineel bouwelement zijn (bijvoorbeeld een baksteen) of een proefstuk, dat uit het te onderzoeken materiaal in een speciale mal wordt gevormd (bijvoorbeeld een Marshall-tablet van asfaltbeton).

Om praktische problemen bij de uitvoering van de proef te voorkomen, wordt aanbevolen voor de grootste afmeting van het proefstuk een bovengrens van 300 mm aan te houden.

Om te voorkomen dat tijdens de diffusieproef de uitloging afneemt vanwege uitputting van een component, is de afmeting van het proefstuk bij 2 van de 3 dimensies groter dan 40 mm. Voor componenten met een grote mobiliteit kan tijdens de proef soms toch nog uitputting optreden indien de kleinste afmeting in de buurt van de ondergrens van 40 mm ligt. Uitputting van mobiele componenten kan dan worden voorkomen door een iets groter proefstuk te nemen.

Bepaalde bouwmaterialen worden standaard geproduceerd met een dikte van minder dan 40 mm, zoals leisteen dakbedekking, grofkeramische dakpannen, dunne tegels, holle bouwstenen of grastegels.

De vereiste sterkte van deze producten leidt in het algemeen impliciet tot materialen met een zodanig hoge pDe waarde dat tijdens de diffusieproef geen uitputtingsverschijnselen optreden. Voor een optimaal resultaat bij de diffusieproef moeten dergelijke dunne proefstukken aan één zijde worden afgedekt.

Voor het gedeeltelijk afdekken van een proefstuk met een afsluitende laag moet materiaal worden gebruikt dat geen storende invloed heeft op het diffusieproces door te onderzoeken componenten af te geven, te absorberen of (vertraagd) door te laten. Gebleken is dat acrylaathars een geschikt afsluitend materiaal is voor uitloogonderzoek van anorganische componenten met de diffusieproef. De bruikbaarheid van andere afsluitende materialen wordt nog onderzocht.

Het proefstuk kan op laboratoriumschaal zijn bereid onder omstandigheden die met de praktijk overeenstemmen. De voorkeur wordt echter gegeven aan het product zoals het in de praktijk wordt gemaakt. Het proefstuk kan ook een gedeelte van het vervaardigde product zijn, tenzij door oppervlaktebewerking significante verschillen in de oppervlaktestructuur, respectievelijk het slijpoppervlak zijn ontstaan. Dit laatste kan worden ondervangen door de betreffende oppervlakken af te dekken, zodat tijdens de proef geen afspoeling of diffusie vanuit die oppervlakken optreedt.

Indien een product na productie een bepaalde periode moet verharden, voordat de voor de praktijk gewenste sterkte wordt bereikt, bestaat de mogelijkheid dat ook het uitloggedrag van het proefstuk gedurende de uithardingsperiode kan veranderen. Bouwstoffen die worden gevormd



door verharding van een mengsel van diverse stoffen en bindmiddelen, worden in het uitloogonderzoek slechts na 28 dagen verharding onderzocht.

Soms worden proefstukken gezaagd of geboord uit een groter geheel, bijvoorbeeld een boorkern uit een wegdek. De zijden die zijn gevormd door het zagen of boren kunnen een andere mate van uitloging vertonen dan de niet bewerkte oppervlakken. De bewerkte oppervlakken moeten worden afgedekt volgens de procedure van A.2.2. Bij een aantal materialen is gebleken dat de diffusie niet of slechts weinig verschilt van de diffusie van het niet bewerkte deel. In die gevallen kunnen ook de gezaagde of geboorde oppervlakken bij de bepaling van de diffusie worden betrokken.

Indien niet het gehele buitenoppervlak een duidelijk en eenduidig bepaalbaar geometrisch oppervlak heeft, kan de proef veelal op een deel van het buitenoppervlak worden uitgevoerd. Voorbeelden van materialen waarbij een deel van het oppervlak moet worden afgedekt, zijn grove slakken en keien. Vaak kunnen uit een representatief samengesteld monster van dergelijke slakken of keien één of meer proefstukken worden geselecteerd waarvan grote delen een goed meetkundig bepaalbaar geometrisch oppervlak hebben.

Gedeeltelijk afdekken kan ook nodig zijn bij bepaalde producten met een regelmatig en goed geometrisch bepaalbaar oppervlak, bijvoorbeeld dakpannen (allerlei randjes en afrondingen) of grastegels (met gaten). Bij holle bouwmaterialen moeten de gaten worden opgevuld met een afsluitend materiaal.

Soms hebben bouwstenen aan verschillende zijden verschillende eigenschappen, bijvoorbeeld, indien glazuurlagen of verflagen zijn aangebracht. In die gevallen kan het te onderzoeken type materiaaloppervlak worden afgezonderd door de andere oppervlakken af te dekken.

Indien het oppervlak van een proefstuk zodanig onregelmatig is dat niet op een van bovengenoemde wijzen een representatief oppervlak kan worden gevonden met een voldoende groot geometrisch oppervlak om tot een meetbare uitloging te komen, is het betreffende proefstuk niet geschikt voor de diffusieproef.

## **A.2 Bepaling geometrisch oppervlak**

### **A.2.1 Proefstukken waarvan het gehele geometrisch oppervlak wordt bepaald**

Bepaling van het geometrisch oppervlak van een regelmatig proefstuk waarvan het geometrisch oppervlak van het gehele proefstuk eenduidig meetbaar is.

- Deel het oppervlak van het proefstuk in een aantal platte of gebogen vlakken (eenheden), zo dat van elke eenheid het oppervlak geometrisch te berekenen is uit opgemeten kenmerkende grootheden als lengte, breedte, hoogte en straal.
- De onder 1) bedoelde eenheden moeten zo zijn gekozen, dat de gedefinieerde geometrische oppervlakken samenvallen met het betreffende vlak van het proefstuk, waarbij de werkelijke afstand tussen het materiaal en het gedefinieerde vlak van die eenheid bij onregelmatigheden in het oppervlak nergens groter is dan 3 mm.
- Bepaal de lengte van de kenmerkende grootheden met een onnauwkeurigheid van minder dan 1 mm.
- Bereken met de gemeten kenmerkende eenheden het geometrisch oppervlak van elk van de gekozen eenheden. Het geometrisch oppervlak (A), uitgedrukt in m<sup>2</sup>, is de som van de berekende oppervlakken van elk van de eenheden.

### A.2.2 Proefstukken waarvan het oppervlak gedeeltelijk wordt afgedekt

Bepaling van het geometrisch oppervlak van een proefstuk waarvan:

- niet het gehele geometrisch oppervlak eenduidig meetbaar is;
- één of meer zijden zijn ontstaan door het zagen of boren van het proefstuk uit een groter element en waarbij die zijden niet bij de uitloging worden betrokken;
- één dimensie kleiner is dan 40 mm.

Dek de delen van het oppervlak:

- waarvan het geometrisch oppervlak niet eenduidig is te bepalen, af met een waterafsluitende laag;
- die ontstaan zijn als zaagvlakken en boorvlakken, af met een waterafsluitende laag;
- van een dun proefstuk (met een dikte van 40 mm of minder), af met een waterafsluitende, zo dat de onafgedekte eenheden van het geometrisch oppervlak nergens een onderlinge afstand hebben van 40 mm of minder, gemeten loodrecht op elk punt van het geometrisch beschreven oppervlak.
- Gebruik voor de afdekking een waterondoorlatend en goed hechtend materiaal (bijvoorbeeld acrylaathars of parafine) dat op het oppervlak van het proefstuk wordt aangebracht. Bepaal het vrijblijvende geometrisch oppervlak nadat het hars is uitgehard.

Deel het niet afgedekte deel van het oppervlak van het proefstuk in een aantal platte of gebogen vlakken (eenheden), zo dat van elke eenheid het oppervlak geometrisch is te berekenen uit opgemeten kenmerkende grootheden als lengte, breedte, hoogte en straal.

De eenheden moeten zo zijn gekozen, dat de gedefinieerde geometrische oppervlakken samenvallen met het betreffende vlak van het proefstuk, waarbij de werkelijke afstand tussen het materiaal en het gedefinieerde vlak van die eenheid bij onregelmatigheden in het oppervlak nergens groter is dan 3 mm.

Bepaal de lengte van de kenmerkende grootheden met een onnauwkeurigheid van minder dan 1 mm.

Bereken hiermee het geometrisch oppervlak van elk van de gekozen eenheden. Het geometrisch oppervlak ( $A$ ), uitgedrukt in  $m^2$ , is de som van de berekende oppervlakken van elk van de eenheden.

### A.2.3 Sterk onregelmatige proefstukken waarbij geen regelmatig zijvlak te identificeren is

Bepaling van het geometrisch oppervlak volgens de papiermethode:

- Dek elk vlak gedeelte van het proefstuk zo strak mogelijk af met een stuk papier. Gebruik daarvoor een papersoort die geen duidelijk absorberende eigenschappen vertoont (bijvoorbeeld gangbaar printer/kopieerpapier);
- Vouw langs de randen van elk vlak van het proefstuk het papier om en scheur of knip het papier zo nauwkeurig mogelijk af langs de vouwen. Verwijder ook eventuele, buiten het vlak uitstekende delen papier;
- Bepaal de totale massa van de stukken papier;
- Bepaal de massa van een vel papier met bekend oppervlak en vergelijkbare eigenschappen als het toegepaste papier;
- Bereken het oppervlak van het proefstuk uit de massaverhouding van de stukken papier ten opzichte van het papier met gekend oppervlak;

- Om meetfouten te minimaliseren moet de bepaling in tweevoud worden uitgevoerd. Herhaal daarom de vorige stappen en bepaal het gemiddelde van de uitgevoerde metingen. Het resultaat is het geometrisch oppervlak volgens de papiermethode. Bij metingen op meerdere proefstukken/elementen uit één partij is een enkelvoudige bepaling van het geometrisch oppervlak volgens de papiermethode voldoende.

**BIJLAGE B****BEPALING EN BEOORDELING VAN DE EFFECTIEVE DIFFUSIECOËFFICIËNT, DE BEPALING VAN DE UITGELOOGDE HOEVEELHEID PER MASSA-EENHEID, EN BEPALING VAN DE IMMISSIEWAARDE****B.1 Bepaling van de effectieve diffusiecoëfficiënt van een component**

De effectieve diffusiecoëfficiënt van een component kan alleen dan berekend worden, wanneer voor de desbetreffende component voor de materiaalmatrix bij de procedure volgens 8.3.3, dan wel bij de trajectanalyse volgens 8.3.2, diffusiebepaalde uitloging is vastgesteld, en wanneer van dit materiaal de voor uitloging beschikbare hoeveelheid bekend is (zie CMA/2/II/A.9.3). Daarbij moet de navolgende procedure gevolgd worden:

Bereken de gemiddelde effectieve diffusiecoëfficiënt  $D_e$  van een component met de formule:

$$D_e = \left( \frac{\varepsilon_{64}}{2653 \times \rho \times U_{bes}} \right)^2 \times f \quad (B.1)$$

waarin:

$D_e$  = gemiddelde, effectieve diffusiecoëfficiënt voor een bepaalde component (in  $m^2/s$ )

$\varepsilon_{64}$  = rekenkundige cumulatieve uitloging van die component over 64 dagen, zoals bepaald met formule (9) (in  $mg/m^2$ )

$\rho$  = volumieke massa van het proefstuk, in  $kg$  droge stof per  $m^3$

$U_{bes}$  = volgens CMA/2/II/A.9.3 bepaalde voor uitloging beschikbare hoeveelheid, in  $mg/kg$  d.s.

$f$  = factor gelijk aan  $1 s^{-1}$

Druk de gemiddelde waarde van de effectieve diffusiecoëfficiënt uit in de vorm van een negatieve logaritme:

$$pD_e = -\log D_e \quad (B.2)$$

**B.2 Beoordeling van een diffusiecoëfficiënt**

De waarde van  $pD_e$  geeft aan in welk tempo de uitloging plaatsvindt. De minimale waarde van  $pD_e$  (maximale snelheid van uitloging) voor de component als natrium is gelijk aan 8,88 (vrije mobiliteit van natrium in water).

Hoe hoger de  $pD_e$ -waarde, des te geringer is de snelheid van uitloging van de betreffende component bij een gelijkblijvende beschikbaarheid  $U_{bes}$  (deze bepaalt de concentratiegradiënt die de drijvende kracht is voor diffusie):

- $pD_e > 12,5$  component met lage mobiliteit
- $11,5 < pD_e < 12,5$  component met gemiddelde mobiliteit
- $pD_e < 11,0$  component met hoge mobiliteit

Een  $pD_e$ -waarde kleiner dan 9,5 heeft geen fysische betekenis omdat het te onderzoeken materiaal dan geen interne porositeit (tortuositeit) meer bezit. Indien bij de berekening toch een dergelijke lage waarde wordt gevonden, is het raadzaam de gemeten beschikbaarheid te verifiëren.

### Vergelijking van de mobiliteit van een component in een vormgegeven of monolitische materiaal met vrije mobiliteit van natrium in water

De tortuositeit is een maat voor de fysische retardatie en zegt iets over de weglengte, die een diffunderend ion in een poreuze matrix moet afleggen. Het is een materiaaleigenschap en is dus niet ion-afhankelijk. Voor de berekening van de tortuositeit moet een component worden gekozen die geen chemische interactie vertoont met de matrix. Die component zal in de betreffende matrix de laagste  $pD_e$ -waarde vertonen. In de meeste gevallen is natrium een geschikte keuze.

De tortuositeit van een vormgegeven of monolithisch materiaal kan worden berekend met de formule:

$$T = \frac{D_{Na}}{D_{e,Na}} \quad (B.3)$$

waarin:

$T$  = de tortuositeit van het materiaal

$D_{Na}$  = diffusiecoëfficiënt van natrium in water ( $10^{-8,88}$ ), in  $m^2/s$

$D_{e,Na}$  = effectieve diffusiecoëfficiënt van natrium in het materiaal, in  $m^2/s$

De retentiefactor is een maat voor chemische retentie van een component in een vormgegeven of monolithisch materiaal. Voor een component die geen interactie vertoont met de materiaalmatrix is deze gelijk aan 1.

De retentiefactor ( $R$ ) voor de betreffende component kan worden berekend met de formule:

$$R = \frac{D}{D_e \cdot T} \quad (B.4)$$

waarin:

$R$  = retentiefactor

$D$  = diffusiecoëfficiënt voor de component in water, in  $m^2/s$

$D_e$  = effectieve diffusiecoëfficiënt voor de component in het materiaal, in  $m^2/s$ ;

$T$  = tortuositeit van het materiaal.

### B.3 Bepaling van de uitgeloopte hoeveelheid per massa-eenheid

De per massa-eenheid uitgeloopte hoeveelheid van een component tot en met tijdstip  $t$ , kan worden berekend met de formule:

$$U_{dif,t} = \frac{2 \times A \times \rho \times U_{bes} \times \sqrt{\frac{D_e \times t}{\pi}}}{m} \quad (B.5)$$

waarin:

- $U_{dif,t}$  = in de diffusieproef uitgelogde hoeveelheid van een component tot en met tijdstip  $t$ , in mg per kg droge stof
- $U_{bes}$  = voor uitloging beschikbare hoeveelheid van die component, in mg per kg droge stof (beschikbaarheidsproef)
- $D_e$  = effectieve diffusiecoëfficiënt van die component, in  $m^2/s$
- $T$  = tijdsduur van de uitloging, in  $s$ ;
- $A$  = oppervlak van het proefstuk, in  $m^2$
- $\rho$  = volumieke massa van het proefstuk, in kg droge stof per  $m^3$
- $m$  = massa van het proefstuk, in kg d.s.

Uit de uitgelogde hoeveelheden van een bepaalde component, zoals berekend in formule (B.5) en de volgens de beschikbaarheidsproef beschikbare gehalten van die component in het proefstuk, kan worden nagegaan in hoeverre sprake is van uitputting. Daarvoor moet de relatieve uitloging in de diffusieproef worden berekend met de formule:

$$UP_{dif,t} = \frac{U_{dif,t}}{U_{bes}} \times 100\% \quad (B.6)$$

waarin:

- $UP_{dif,t}$  = percentage van een uitgelogde component in tijdperiode  $t$  van de diffusieproef opzichte van het beschikbare gehalte in het proefstuk
- $U_{dif,t}$  = uitgelogde hoeveelheid van die component in tijdperiode  $t$  van de diffusieproef, in mg per kg droge stof
- $U_{bes}$  = voor uitloging beschikbare hoeveelheid van die component, in mg per kg droge stof (beschikbaarheidsproef);

#### B.4 Berekening van de immissiewaarde uit emissiewaarden voor metalen bepaald aan de hand van een diffusieproef voor vormgegeven bouwstoffen

Voor de metalen waarvoor met de diffusieproef en de beschikbaarheidsproef, methode CMA 2/II/A.9.2 en 2/II/A.9.3, een diffusiegecontroleerd uitloggedrag wordt vastgesteld (zie onderdeel 8.3. en 8.4.), wordt de immissie als gevolg van uitloging uit het vormgegeven bouw materiaal als volgt berekend :

$$I_{vb} = E_{64d} \cdot F_{temp} \cdot F_v \quad (B.7)$$

waarin :

- $I_{vb}$  = berekende immissie als gevolg van het gebruik van een vormgegeven bouwstof, in  $mg/m^2$  bodem/100 jaar;
- $E_{64d}$  = berekende uitloging over 64 dagen, in  $mg/m^2$  bouwstof, bepaald volgens de methode CMA 2/II/A.9.2;
- $F_{temp}$  = factor voor het verschil in temperatuur bij bepaling van de uitloging van een bouwstof in het laboratorium en bij het gebruik van die bouwstof, die 0,7 bedraagt;
- $F_v$  = factor voor de extrapolatie van de uitloging van de bouwstof bij de laboratoriumproef (64 dagen) naar de uitloging over 100 jaar.

De factor  $F_v$  wordt bepaald met de formule :

$$F_v = \frac{2,5 \cdot 10^{-4} \cdot d}{\sqrt{D_e}} \quad (B.8)$$

waarin:

$d$  = dikte van het bouw materiaal, gemeten loodrecht op het oppervlak van het materiaal dat door regen-, oppervlakte- of grondwater kan worden bevochtigd, uitgedrukt in m en afgerond op 2 decimalen na de komma en bedraagt minimaal 0,10 m;

$D_e$  = effectieve diffusiecoëfficiënt van een metaal, in  $m^2/s$ , bepaald volgens methode CMA2/II/A.9.2, onderdeel 8.4.

De factor  $F_v$  wordt niet hoger vastgesteld dan:

$$F_v = 15 \cdot \sqrt{f_{bev}} \quad (B.9)$$

$f_{bev}$  = factor voor de bevochtigingsperiode bedraagt 0,1 voor de toepassingen waarbij enkel neerslagwater aanleiding geeft voor de uitloging en in alle andere gevallen 1.

### B.5 Berekening van de immissiewaarde uit emissiewaarden voor anionen bepaald aan de hand van een diffusieproef voor vormgegeven bouwstoffen

Voor de anionen waarvoor met de diffusieproef en de beschikbaarheidsproef, methode CMA 2/II/A.9.2 en 2/II/A.9.3, een diffusiegecontroleerd uitloggedrag wordt vastgesteld (zie onderdeel 8.3. en 8.4.), wordt de immissie als gevolg van uitloging uit het vormgegeven bouw materiaal als volgt berekend :

$$I_{vb} = E_{64d} \cdot F_{temp} \cdot F_v \quad (B.10)$$

waarin :

$I_{vb}$  = berekende immissie als gevolg van het gebruik van een vormgegeven bouwstof, in  $mg/m^2$  bodem/1 jaar;

$E_{64d}$  = berekende uitloging over 64 dagen, in  $mg/m^2$  bouwstof, bepaald volgens de methode CMA 2/II/A.9.2;

$F_{temp}$  = factor voor het verschil in temperatuur bij bepaling van de uitloging van een bouwstof in het laboratorium en bij het gebruik van die bouwstof, die 0,7 bedraagt;

$F_v$  = factor voor de extrapolatie van de uitloging van de bouwstof bij de laboratoriumproef (64 dagen) naar de uitloging over 1 jaar.

De factor  $F_v$  is gelijk aan:

$$F_v = 2,4 \cdot \sqrt{f_{bev}} \quad (B.11)$$

$f_{bev}$  = factor voor de bevochtigingsperiode bedraagt 0,1 voor de toepassingen waarbij enkel neerslagwater aanleiding geeft voor de uitloging en in alle andere gevallen 1.

### B.6 Bepaling van de immissie over een periode van 100 jaar voor metalen die geen diffusiegecontroleerd uitloggedrag vertonen

Voor anorganische parameters (m.u.v. anionen) waarvoor met de diffusieproef en de beschikbaarheidsproef, methode CMA 2/II/A.9.2 en 2/II/A.9.3, geen diffusiegecontroleerd uitloggedrag wordt vastgesteld (zie onderdeel 8.3. en 8.4.), wordt de immissie berekend met de volgende formule:

$$I_{vb} = \varepsilon_T \cdot F_{temp} \cdot \frac{15}{24} \cdot \sqrt{f_{bev}} \quad (B.12)$$

waarbij:

- $I_{vb}$  : berekende immissie als gevolg van het gebruik van een vormgegeven bouwstof in mg/m<sup>2</sup> bodem;
- $\varepsilon_T$  : bovengrens van de uitloging van een component over een periode van 100 jaar (36500 dagen), in mg/m<sup>2</sup>, bepaald volgens CMA 2/II/A.9.2 onderdeel 8.6. bedoeld om in bijzondere gevallen de uitloging te kunnen bepalen, respectievelijk volgens CMA 2/II/A.9.2, bijlage C;
- $F_{temp}$  : factor voor het verschil in temperatuur bij bepaling van de uitloging van een bouwstof in het laboratorium en bij het gebruik van die bouwstof, die 0,7 bedraagt;
- $f_{bev}$  : factor voor de bevochtigingsperiode bedraagt 0,1 voor de toepassingen waarbij enkel neerslagwater aanleiding geeft voor de uitloging en in alle andere gevallen 1 .

### B.7 Bepaling van de immissie over een periode van 1 jaar voor anionen die geen diffusiegecontroleerd uitlooggedrag vertonen

Voor anionen waarvoor met de diffusieproef en de beschikbaarheidsproef, methode CMA 2/II/A.9.2 en 2/II/A.9.3, geen diffusiegecontroleerd uitlooggedrag wordt vastgesteld (zie onderdeel 8.3. en 8.4.), wordt de immissie berekend met de volgende formule:

$$I_{vb} = \varepsilon_T \cdot F_{temp} \cdot \frac{2,4}{2,4} \cdot \sqrt{f_{bev}} \quad (B.13)$$

waarbij:

- $I_{vb}$  : berekende immissie als gevolg van het gebruik van een vormgegeven bouwstof in mg/m<sup>2</sup> bodem;
- $\varepsilon_T$  : bovengrens van de uitloging van een component over een periode van 1 jaar (365 dagen), in mg/m<sup>2</sup>, bepaald volgens CMA 2/II/A.9.2 onderdeel 8.6. bedoeld om in bijzondere gevallen de uitloging te kunnen bepalen, respectievelijk volgens CMA 2/II/A.9.2, bijlage C;
- $F_{temp}$  : factor voor het verschil in temperatuur bij bepaling van de uitloging van een bouwstof in het laboratorium en bij het gebruik van die bouwstof, die 0,7 bedraagt;
- $f_{bev}$  : factor voor de bevochtigingsperiode bedraagt 0,1 voor de toepassingen waarbij enkel neerslagwater aanleiding geeft voor de uitloging en in alle andere gevallen 1 .



**BIJLAGE C**

(INFORMATIEF)

**BEREKENING VAN DE BOVENGRENSEN VOOR UITLOGING IN BIJZONDERE GEVALLEN****C.1 Algemeen**

Indien een materiaal zich als een poreuze matrix gedraagt, mag worden aangenomen dat alle gelijkmatig in die matrix verdeelde componenten in beginsel diffusiebepaald uitlogen. Het is echter niet altijd mogelijk bij een dergelijk materiaal voor iedere component diffusiebepaald gedrag aan te tonen volgens de procedure van 8.3.4 van deze methode. Dit geldt in het bijzonder voor componenten die een lage beschikbaarheid en/of een hoge  $pD_e$ -waarde vertonen. Daarnaast kunnen andere effecten, zoals afspoeling, oplossing van alleen de buitenste laag van het proefstuk, chemische speciatie, e.d., het diffusiemechanisme overheersen of maskeren, waardoor voor bepaalde componenten geen diffusiecoëfficiënt kan worden bepaald.

In sommige gevallen kan op basis van de resultaten van de diffusieproef ook voor de componenten, waarvoor volgens 8.3.4 geen diffusiecoëfficiënt kan worden vastgesteld, toch iets worden gezegd over de te verwachten cumulatieve uitloging. In 8.6 van deze methode worden voor 5 bijzondere gevallen formules gegeven waarmee de bovengrens van de uitloging na, respectievelijk, een periode van 64 dagen en een willekeurige periode  $T (> 64 \text{ dagen})$  kan worden ingeschat. De uitloging  $\varepsilon_T$  na  $T$  dagen wordt steeds berekend uit de waarde van  $\varepsilon_{64}$  via een factor  $\sqrt{T/64}$ . Mede in verband met de beperking van het toegepaste één-dimensionale diffusiemodel kan het echter voorkomen dat de aldus berekende bovengrens van de uitloging aanzienlijk groter blijkt te zijn dan beschikbaar is in een bepaald te beoordelen object volgens de formule:

$$\varepsilon_b = U_{bes} \times \rho \times d \quad (C.1)$$

waarin:

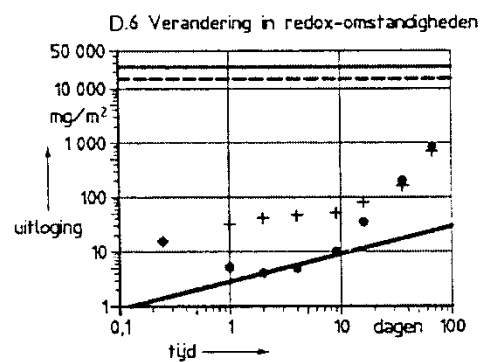
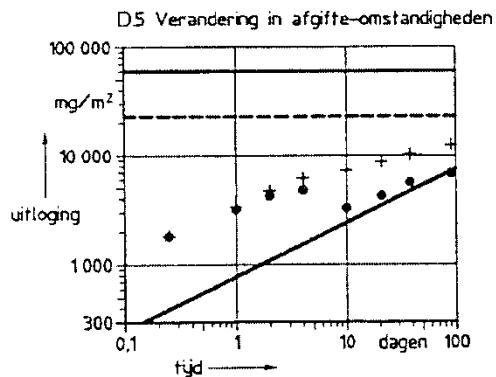
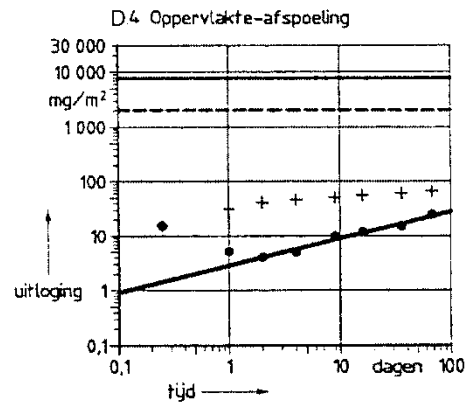
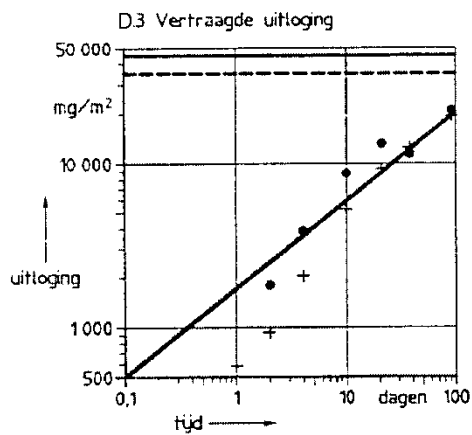
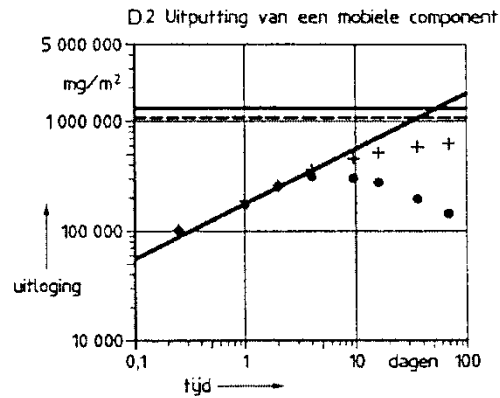
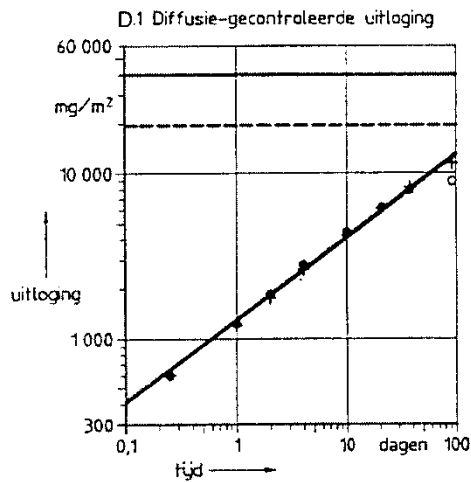
$\varepsilon_b$	berekende cumulatieve uitloging van een component in een te beoordelen object,
in	mg droge stof per $m^2$
$U_{bes}$	voor uitloging beschikbare hoeveelheid van die component, in mg/kg droge stof (beschikbaarheidsproef)
$\rho$	volumieke massa van het proefstuk, in kg droge stof per $m^3$
$d$	dikte van de te beoordelen bouwstof in de beoogde toepassing

Indien blijkt dat  $\varepsilon_b$  kleiner is dan  $\varepsilon_T$  moet de waarde van  $\varepsilon_b$  als de beste schatting van de bovengrens worden beschouwd.

Indien een nauwkeuriger inzicht in het uitloogniveau nodig is dan een indicatief bepaalde bovengrens, zal de diffusieproef moeten worden uitgevoerd met nauwkeuriger analyseapparatuur, met een langere duur van de proef, met langere perioden tussen de verversingen of met een lagere vloeistof-volumeverhouding. De methode van de diffusieproef voorziet zelf niet in aanwijzingen daarvoor, enerzijds omdat die aanpak in het algemeen niet nodig wordt geacht en anderzijds omdat de situaties dan zo specifiek kunnen zijn, dat een algemeen gesteld voorschrift onvoldoende soelaas zou bieden.

## BIJLAGE D (INFORMATIEF)

### GRAFISCHE REPRESENTATIE VAN DIFFUSIEBEPAALE UITLOGING IN BIJZONDERE GEVALLEN



#### Legenda:

- + gemeten cumulatieve uitloging volgens 8.2.1., formule (4)
- rekenkundige cumulatieve uitloging volgens 8.2.2., formule (5)
- rechte lijn door gegevenspunten met  $rc = 0,5$
- bovengrens op basis van het vaste-stofgehalte
- - - bovengrens op basis van de beschikbaarheid proef