

## Uitloging van anorganische componenten met de tweestapsschudtest

## INHOUD

<b>1</b>	<b>Doel en toepassingsgebied</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Principe</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Opmerkingen</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>Apparatuur en materiaal</b>	<b>4</b>
<b>5</b>	<b>Reagentia</b>	<b>4</b>
<b>6</b>	<b>Monsterbehandeling</b>	<b>4</b>
6.1	<i>Monsterneming</i>	4
6.2	<i>Verkleinen van het materiaal</i>	5
6.3	<i>Bepaling van het droge stofgehalte (%) en het vochtgehalte (%)</i>	5
6.4	<i>Analyseportie</i>	6
<b>7</b>	<b>Procedure</b>	<b>6</b>
7.1	<i>Uitvoering van de tweestapsschudproef</i>	6
7.1.1	<i>voorbereiding</i>	6
7.1.2	<i>Eerste uitloogstap</i>	6
7.1.3	<i>eerste scheiding vloeistof-vaste stof</i>	7
7.1.4	<i>Tweede uitloogstap</i>	7
7.1.5	<i>Tweede scheiding vloeistof-vaste stof</i>	8
7.2	<i>Analyse</i>	9
7.3	<i>Blanco test</i>	9
<b>8</b>	<b>Berekeningen</b>	<b>9</b>
8.1	<i>Weergave van de resultaten</i>	9
8.2	<i>Eerste stap van de schudtest (bij L/S = 2)</i>	10
8.3	<i>Tweede stap van de schudtest (bij L/S = 8)</i>	10
<b>9</b>	<b>Verslag</b>	<b>11</b>
<b>10</b>	<b>Referenties</b>	<b>11</b>

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.9.4 van december 2009.

Deze methode beschrijft de uitloging uit vaste stoffen met een deeltjesgrootte kleiner dan 4 mm (met of zonder verkleining van het materiaal) in de tweestapsschudtest bij een vloeistof-tot-vastestof verhouding (L/S) van 2 l/kg ds en 8 l/kg ds (opeenvolgend). De methode is geschikt voor bepaling van de uitloging van anorganische componenten uit granulaire materialen en slibs. Het resultaat van deze bepaling is de afgifte van componenten (emissie) in mg per kg droge stof die optreedt onder de experimentele testcondities, zoals hierna beschreven.

## 2 PRINCIPE

Het testmateriaal, met een deeltjesgrootte kleiner dan 4 mm (eventueel verkregen door verkleinen van het materiaal), wordt in contact gebracht met de uitloogvloeistof (ultrapuur water) met behulp van een overkopmenger. De test bestaat uit twee opeenvolgende batchtesten bij een L/S-verhouding van 2 l/kg ds (gedurende 6 uren) en 8 l/kg ds (gedurende 18 uren). De totale (cumulatieve) L/S-verhouding is 10 l/kg ds. De methode is gebaseerd op de aanname dat een evenwichtstoestand (of een bijna-evenwichtstoestand) wordt bereikt tussen de vloeistof en de vaste fasen gedurende de testperiode. Na elke stap wordt het vaste residu afgescheiden door filtratie. De concentraties van de uitgeloopte componenten in beide supernatants (eluatens) worden gemeten volgens de methoden beschreven in CMA/2/I (anorganische methodes/water). De gemeten concentraties worden omgerekend naar de cumulatieve uitloging (emissie) in mg/kg ds bij een L/S=10 l/kg ds.

Ook de pH-waarde en de geleidbaarheid worden bepaald. Deze parameters bepalen dikwijls het uitlooggedrag van het materiaal, en zijn dus belangrijk in de beoordeling van de uitloogtest.

## 3 OPMERKINGEN

Deze methode werd ontwikkeld om voornamelijk anorganische componenten te onderzoeken. Er wordt geen rekening gehouden met de specifieke eigenschappen van niet-polaire organische componenten en met microbiologische processen in organisch afbreekbaar materiaal.

Deze methode is alleen toepasbaar op vaste stoffen en slibs met een hoog droge stof gehalte: het droge stofgehalte moet ten minste hoger zijn dan 33%.

Deze methode is mogelijk niet toepasbaar op materialen met een zodanige waterinhoud of wateraffiniteit dat een goede menging van de vaste stof met de voorziene hoeveelheid vloeistof niet kan bereikt worden.

Deze methode is mogelijk niet toepasbaar op materialen die een reactie ondergaan met de uitloogvloeistof, resulterend in vb. overmatige gasontwikkeling, een solidificerend effect of een overmatige warmteontwikkeling.

Door het verkleinen van het materiaal worden nieuwe oppervlakken blootgesteld die mogelijk een verandering in de uitloogkarakteristieken teweegbrengen.

Het gebruik van enkel deze methode laat niet toe het uitlooggedrag van een materiaal te bepalen.

## 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 afsluitbare PE of glazen uitloogrecipiënt met een inhoud van 500 ml voor het uitvoeren van de eerste stap. De glazen recipiënten moeten een afsluiting hebben van inert materiaal, bijv. PTFE.
- 4.2 afsluitbare PE of glazen uitloogrecipiënt met een inhoud van 2000 ml voor het uitvoeren van de tweede stap. De glazen recipiënten moeten een afsluiting hebben van inert materiaal, bijv. PTFE.  
Voor anorganische componenten worden recipiënten van PP geprefereerd, behalve voor stalen waarin Hg wordt geanalyseerd.
- 4.3 overkopmenger (werkzaam bij 5 omwentelingen/min.)
- 4.4 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).
- 4.5 niet eerder gebruikte membraanfilters voor de filtreerapparatuur met een poriëngrootte van 0,45 µm.
- 4.6 analytische balans met een meetnauwkeurigheid beter dan ± 0,1 g.
- 4.7 pH-meter met een meetnauwkeurigheid beter dan ± 0,05 pH-eenheden.
- 4.8 geleidbaarheidsmeter met een meetnauwkeurigheid beter dan 5 µS/cm.
- 4.9 thermometers voor omgevingstemperatuur en temperatuur van de eluaten.
- 4.10 maatcilinders voor volumebepaling met 1% nauwkeurigheid.
- 4.11 monsterrecipiënten (flessen) voor bewaring eluaat.
- 4.12 breekapparatuur: bijv. kaakbreker.
- 4.13 zeefapparatuur met nominale maaswijdte van 4 mm.
- 4.14 monsterverdeler of uitrusting om te kwarteren (facultatief).
- 4.15 centrifuge, werkend bij 3000 - 4000 g (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 µS/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 liter bedragen. Gebruik een monsterverdeler of kwarter om het materiaal verder op te splitsen.

## 6.2 VERKLEINEN VAN HET MATERIAAL

De tweestapsschudproef wordt bij voorkeur uitgevoerd op het laboratoriummonster als dusdanig m.a.w. 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 testmethode moet ten minste 95% (massa) van het analysemonster een deeltjesgrootte hebben kleiner dan 4 mm. Hiertoe wordt het materiaal (laboratoriummonster) gezeefd. Indien het grovere materiaal meer dan 5% (massa) bedraagt, wordt de volledige grovere fractie verkleind. Het materiaal mag in geen geval fijngemalen worden. Niet-breekbaar materiaal (vb. metallische deeltjes zoals moeren, bouten, schroot) wordt verwijderd en het gewicht en de aard ervan wordt genoteerd. De methode van verkleinen wordt eveneens gedocumenteerd en gerapporteerd. Na eventuele verkleining wordt het verkleinde en het gezeefde materiaal gemengd (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.

### OPMERKING

- 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 breek- of zeefstoestellen.
- Vezelachtige materialen en plastics kunnen meestal verkleind worden na cryogene behandeling.
- Drogen kan leiden tot oxidatie en/of carbonatie. Indien het materiaal als niet-geoxideerd of niet-gecarbonateerd materiaal dient getest te worden, moet het droogproces onder inerte atmosfeer uitgevoerd worden.
- Er kunnen belangrijke verschillen optreden in de resultaten van de uitloogtest die afhankelijk zijn van de methode van verkleinen en van het materiaal zelf. Verschillen te wijten aan verschillen in deeltjesgrootte kunnen bepaald worden door het bepalen van de deeltjesgrootteverdeling. Voor zeer smalle verdelingen kunnen die verschillen groot worden, vooral bij de grotere deeltjesgrootten.

## 6.3 BEPALING VAN HET DROGE STOFGEHALTE (%) EN HET VOCHTGEHALTE (%)

Het analysemonster bekomen na 6.2 wordt niet verder gedroogd.

Het droge stofgehalte  $d_s$  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).

Het relatief vochtgehalte  $rv$  (%) is de verhouding tussen de massa water aanwezig in het materiaal en de massa van het overeenkomend gedroogd materiaal. Voor de bepaling wordt verwezen naar CMA/2/IIA.1. De berekening van het relatief vochtgehalte  $rv$ , uitgedrukt in %, is als volgt:

$$\text{relatief vochtgehalte } rv = \frac{m_b - m_c}{m_c - m_a} \cdot 100 \quad (\%) \quad (1)$$

met

$m_a$  = massa van de lege kroes, in g

$m_b$  = massa van de kroes met nat monster, in g

$m_c$  = massa van de kroes met gedroogd monster, in g

Deze procedure is niet van toepassing indien  $rv > 200$ .

#### 6.4 ANALYSEPORTIE

Voor het uitvoeren van de tweestapsproefproef in enkelvoud is een analyseportie nodig met een natte massa overeenkomstig met  $0,175 \text{ kg} \pm 0,005 \text{ kg}$  droge stof, met gekend droge stof-  $ds$  en relatief vochtgehalte  $rv$ , en waarvan ten minste 95 % (m/m) (droge stof) van de deeltjes kleiner is dan 4 mm.

## 7 PROCEDURE

De tweestapsschudtest wordt uitgevoerd bij kamertemperatuur ( $20 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

### 7.1 UITVOERING VAN DE TWEESTAPSSCHUDPROEF

#### 7.1.1 VOORBEREIDING

Weeg volgens onderstaande formule (2) een hoeveelheid nat analysemonster  $m_w$  in, gelijk aan  $0,175 \text{ kg} \pm 0,005 \text{ kg}$  droge stof ( $m_D$ ). Het analysemonster wordt bekomen door verdelen of kwarteren.

$$m_w = \frac{m_D}{ds} \times 100 \quad (2)$$

waarin:

$ds$  = droge stof gehalte (%)

$m_D$  = massa van benodigde hoeveelheid monster uitgedrukt in droge stof (kg ds)

$m_w$  = overeenkomstige massa van het in te wegen nat monster (kg)

Met het oog op de vereisten voor een minimale hoeveelheid aan vloeistof bestemd voor analyse, kan het nodig zijn om een grotere hoeveelheid analysemonster te gebruiken, en een overeenkomend groter volume uitloogvloeistof (pas ook de grootte van de uitloogrecipiënt aan). Deze afwijking van de methode dient vermeld te worden in het verslag.

#### 7.1.2 EERSTE UITLOOGSTAP

Breng het afgewogen analysemonster kwantitatief over in een 500 ml-recipiënt.

Het volume van 500 ml is gekozen in combinatie met de massa van 175 g ds om de vrije ruimte (hoeveelheid lucht) in de fles boven de uitloogvloeistof te minimaliseren. Voor materialen met lage dichtheid is het mogelijk dat hiervan dient afgeweken te worden. Men moet echter steeds trachten de vrije ruimte in de fles beperkt te houden. Deze afwijking moet gerapporteerd worden.

Voeg volgens formule (3) een hoeveelheid uitloogvloeistof  $L_2$  toe, zodat een vloeistof-tot-vaste stof verhouding (L/S) gelijk aan  $2 \text{ l/kg} \pm 2 \%$  gerealiseerd wordt tijdens de extractie. Noteer het volume toegevoegde uitloogvloeistof  $L_2$  en de overeenkomstige L/S-ratio. Zorg ervoor dat een goede menging bereikt wordt van vaste stof en vloeistof.

$$L_2 = \left( 2 - \frac{rv}{100} \right) \times m_D \quad (3)$$

met:

$L_2$  = volume uitloogvloeistof (l)

$m_D$  = massa droge stof van het monster (kg)

$rv$  = relatief vochtgehalte (%)

Plaats de afgesloten uitloogrecipiënt in het schudtoestel. Schud gedurende 6 uren  $\pm$  0,5 uren bij een schudsnelheid gelijk aan 5 omwentelingen/min. Het gebruik van een overkopmenger moet bezinking van de vaste stof op de bodem van de fles gedurende de extractie vermijden.

Bij sommige materialen ontstaat een gasontwikkeling bij bevochtiging. Voorbeelden hiervan zijn AVI vliegias en straalgrit, die metallische partikels kunnen bevatten. Indien gasontwikkeling optreedt, kan de fles tijdens de uitloogtest een paar keer voorzichtig geopend worden, om zo te hoge druk in de fles te vermijden. Dit moet gerapporteerd worden.

### 7.1.3 EERSTE SCHEIDING VLOEISTOF-VASTE STOF

Stop het schudtoestel na 6 uren  $\pm$  0,5 uren.

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

Filtreer de bovenliggende vloeistof volledig over een membraanfilter 0,45  $\mu\text{m}$ , met behulp van een vacuüm- of een drukfilterapparaat. Spoelen van de filter met water of een ander solvent, na filtratie, is niet toegelaten. Bij analyse van vluchtige componenten mag geen vacuümfiltratie worden gebruikt.

Indien het filtreren niet mogelijk is in een periode van 1 uur aan een eluaatsnelheid van ten minste 30 ml/cm<sup>2</sup>/uur, dient een andere procedure te worden toegepast voor de vloeistof-vaste stof scheiding. Deze procedure dient vermeld te worden in het verslag. Een filtratie over een 0,45 $\mu\text{m}$  membraanfilter dient altijd toegepast te worden.

#### OPMERKINGEN

- Eventueel kan een voorfiltratie over een grovere filter uitgevoerd worden om de filtratie sneller te laten verlopen.
- Bij moeilijk te filtreren monsters (bv. slibmonsters) kan voorafgaandelijk aan de 0,45 $\mu\text{m}$  membraanfiltratie centrifugatie worden toegepast.
- Er mag voor de vloeistof-vaste stof scheiding geen gebruik gemaakt worden van additieven (calcium chloride, ammoniumzouten,...)

Het opgevangen filtraat is het eluaat  $s_1$  van de eerste uitloogstap. Bepaal het volume van het gefiltreerde eerste eluaat  $VE_1$ .

Meet onmiddellijk de pH ( $\pm$  0,1 pH-eenheid) volgens de methode CMA/2/I/A.1 van het eerste eluaat  $s_1$ . Noteer de pH-waarde en temperatuur.

Meet de geleidbaarheid ( $\pm$  1%) volgens de methode CMA/2/I/A.2 van het eerste eluaat  $s_1$ .

### 7.1.4 TWEDE UITLOOGSTAP

Breng het gefiltreerde staal (en eventueel de gecentrifugeerde delen), tesamen met de gebruikte filters, kwantitatief over in de tweede uitloogrecipiënt van 2000 ml.

Voeg volgens formule (4) een hoeveelheid uitloogvloeistof  $L_8$  toe, zodat een cumulatieve L/S verhouding gelijk aan  $10 \text{ l/kg} \pm 2\%$  wordt gerealiseerd. Vermits in de tweede uitloogstap een andere uitloogrecipiënt wordt gebruikt, zal de vloeistof worden gebruikt om de eerste reci­piënt uit te spoelen, de vloeistof wordt volledig opgevangen in de tweede reci­piënt. Zorg ervoor dat een goede menging bereikt wordt van vaste stof en vloeistof.

$$L_8 = 8 \times m_D \quad (4)$$

met:

$L_8$  = volume uitloogvloeistof (l)

$m_D$  = massa droge stof van het monster (kg)

Plaats de afgesloten uitloogrecipiënt in het schudtoestel. Schud gedurende 18 uren  $\pm 0,5$  uren. Het gebruik van een overkopmenger moet bezinking van de vaste stof op de bodem van de fles gedurende de extractie vermijden.

#### OPMERKING

- Bij sommige materialen ontstaat een gasontwikkeling bij bevochtiging. Voorbeelden hiervan zijn AVI vlieg­as en straalgrit, die metallische partikels kunnen bevatten. Indien gasontwikkeling optreedt, kan de fles tijdens de uitloogtest een paar keer voorzichtig geopend worden, om zo te hoge druk in de fles te vermijden. Dit moet gerapporteerd worden.

### 7.1.5 TWEDE SCHEIDING VLOEISTOF-VASTE STOF

Stop het schudtoestel na 18 uren  $\pm 0,5$  uren.

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

Filtreer de bovenliggende vloeistof over een membraanfilter  $0,45 \mu\text{m}$ , met behulp van een vacuüm- of een drukfilterapparaat. Spoelen van de filter met water of een ander solvent, na filtratie, is niet toegelaten. Bij analyse van vluchtige componenten mag geen vacuümfiltratie worden gebruikt.

Indien het filtreren niet mogelijk is in een periode van 1 uur aan een eluatsnelheid van ten minste  $30 \text{ ml/cm}^2/\text{uur}$ , dient een andere procedure te worden toegepast voor de vloeistof-vaste stof scheiding. Deze procedure dient vermeld te worden in het verslag. Een filtratie over een  $0,45\mu\text{m}$  membraanfilter dient altijd toegepast te worden.

#### OPMERKINGEN

- Eventueel kan een voorfiltratie over een grovere filter uitgevoerd worden om de filtratie sneller te laten verlopen.
- Bij moeilijk te filtreren monsters (bijv. slibmonsters) kan voorafgaandelijk aan de  $0,45\mu\text{m}$  membraanfiltratie centrifugatie worden toegepast.
- Er mag voor de vloeistof-vaste stof scheiding geen gebruik gemaakt worden van additieven (calcium chloride, ammoniumzouten,...)

Dit is het eluaat  $s_2$  van de tweede uitloogstap. Bepaal het volume van het gefiltreerde tweede eluaat  $VE_2$ .

Meet onmiddellijk de pH ( $\pm 0,1$  pH-eenheid) volgens de methode CMA/2/I/A.1 van het tweede eluaat  $s_2$ . Noteer de pH-waarde en temperatuur.



Meet de geleidbaarheid ( $\pm 1\%$ ) volgens de methode CMA/2/I/A.2 van het tweede eluaat  $s_2$ .

## 7.2 ANALYSE

Verdun de eluaten  $s_1$  en  $s_2$  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 ca. 200 mS/cm te brengen, wordt voorkomen dat precipitatiereacties optreden ten gevolge van de relatief hoge concentraties aan uitgeloopte componenten.

Verdeel elk eluaat (na goed opschudden) in een gepast aantal deelmonsters voor de verschillende chemische analyses. Conserveer en bewaar elk (deel)eluaat in gepaste recipiënten volgens de richtlijnen in CMA/1/B (conservering en recipiënten).

Bepaal de concentratie van de op te volgen componenten in beide eluaten  $s_1$  en  $s_2$  conform de analysevoorschriften 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).

## 7.3 BLANCO TEST

Volumes uitloogvloeistof van 0,44 liter (eerste stap) en 1,5 liter (tweede stap) worden onderworpen aan de volledige testmethode (met uitzondering van de zeping, verkleining en verdelingsstap, maar inclusief de eluaatanalyse).

De twee eluaten van de blanco test moeten aan de volgende minimumvoorwaarden voldoen: in elk eluaat moet de concentratie van elke component die wordt beschouwd kleiner zijn dan 20% van de concentratie bepaald in het eluaat van het geteste materiaal; of de concentratie van elke component die wordt beschouwd moet kleiner zijn dan de bepalingsgrens-eis van de betreffende component. De beschouwde componenten zijn al deze die ook bepaald worden in het eluaat van het geteste materiaal.

Als deze voorwaarden niet worden vervuld, dient de contaminatie verminderd 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

### 8.1 WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De analyse van de twee eluaten geeft de concentratie van de componenten in elk van de eluaten, in mg/l. Het resultaat van de test wordt uitgedrukt als de uitgeloopte hoeveelheid van de component bij een bepaalde verhouding vloeistof-tot-vaste stof (L/S) ten opzichte van de totale

massa van het analysemonster, in mg/kg droge stof. Het uiteindelijke resultaat is de cumulatieve emissie  $E_{2-10}$  van de component bij een L/S-verhouding van 10 l/kg ds.

### 8.2 EERSTE STAP VAN DE SCHUDTEST (BIJ L/S = 2)

De uitgeloopte hoeveelheid van een component, op basis van de droge massa van het oorspronkelijk materiaal, wordt berekend als:

$$E_2 = c_2 \times \left( \frac{L_2}{m_D} + \frac{rv}{100} \right) \quad (5)$$

met:

$E_2$  = de uitgeloopte hoeveelheid van een component bij L/S = 2 (in mg/kg droge stof)

$c_2$  = concentratie van die component in het eerste eluaat  $s_1$  (mg/l)

$L_2$  = volume uitloogvloeistof dat toegevoegd werd in de eerste uitloogstap (l)

$rv$  = relatief vochtgehalte (in % van de droge massa, zoals berekend a.d.h.v. formule 1)

$m_D$  = massa van het gedroogde analysemonster (kg)

### 8.3 TWEDE STAP VAN DE SCHUDTEST (BIJ L/S = 8)

De cumulatief uitgeloopte hoeveelheid (emissie  $E$ ) wordt berekend als:

$$E_{2-10} = c_2 \times \left[ \frac{VE_1}{m_D} \right] + C_8 \times \left[ \frac{(L_2 + L_8 - VE_1)}{m_D} + \frac{rv}{100} \right] \quad (6)$$

met:

$E_{2-10}$  = cumulatief uitgeloopte hoeveelheid van een component bij cumulatieve L/S = 10 (in mg/kg droge stof)

$c_2$  = concentratie van die component in het eerste eluaat  $s_1$  (mg/l)

$c_8$  = concentratie van die component in het tweede eluaat  $s_2$  (mg/l)

$L_8$  = volume uitloogvloeistof dat toegevoegd werd in de tweede uitloogstap (l)

$VE_1$  = volume uitloogvloeistof dat in de eerste uitloogstap afgescheiden en gefiltreerd werd (l)

$rv$  = relatief vochtgehalte (in % van de droge massa, zoals berekend a.d.h.v. formule 1)

$m_D$  = massa van het gedroogde analysemonster (kg)

De in formule (5) en (6) bedoelde concentratie  $c_i$  is de oorspronkelijk in het eluaat aanwezige concentratie; de volgens 7.3 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 één of meer eluaatfracties beneden de onderste bepalingsgrens ligt, moeten voor die component in die fracties twee berekeningen worden uitgevoerd: boven-en ondergrens. De bovengrens van  $E$  wordt berekend door in formule (5) en/of (6)  $c_i$  gelijk te stellen aan de onderste bepalingsgrens, waar van toepassing; de ondergrens van  $E$  wordt berekend door in de bewuste fractie de concentratie gelijk te stellen aan 0.

## 9 VERSLAG

Het verslag moet minimaal volgende gegevens bevatten:

- verwijzing naar de referentie in het CMA. Indien de tweestapsschudproef 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 ds (%) en relatief vochtgehalte rv (%));
- uitvoerdatum van de proef;
- de afzonderlijke uitloogstappen (2) met hun respectievelijke L/S-waarden;
- pH van het eluaat per uitloogstap;
- de onderzochte componenten en hun onderste bepalingsgrenzen in het eluaat;
- de gemeten concentraties van de onderzochte componenten in het eluaat per uitloogstap op maximum 2 significante cijfers;
- de berekende cumulatieve uitloging (emissie) van de onderzochte componenten (in mg/kg ds) bij de overeenstemmende L/S-waarden. Bij analyseresultaten onder de bepalingsgrens moeten voor de emissie zowel een ondergrens als bovengrens aangegeven worden.

## 10 REFERENTIES

- prEN 12457-3 -Characterization of waste - Leaching - Compliance test for leaching of granular waste materials and sludges - Part 3: Two stage batch test at a liquid to solid ratio of 2 l/kg and 8 l/kg for materials with high solid content and with particle size below 4 mm (without or with size reduction); January 2002 (prEN 12457-3 version sent to CEN/TC292 for formal vote. This document is a draft still subject to modifications).