

Uitloging van anorganische componenten met de kolomproef voor stortplaats

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Principe	3
3	Opmerkingen	4
4	Apparatuur en materiaal	4
5	Reagentia	5
6	Monsterbehandeling	5
6.1	<i>Monsterneming</i>	5
6.2	<i>Monsterbereiding</i>	5
6.3	<i>Analysemonster</i>	6
6.4	<i>Bepaling van het droge stof gehalte (%)</i>	6
7	Procedure	6
7.1	<i>Eisen eluaatmonsters</i>	6
7.2	<i>Uitvoering kolomproef stortplaats</i>	7
7.2.1	voorbereiding	7
7.2.2	vullen en pakken van de kolom	7
7.2.3	opstarten en uitvoeren kolomproef stortplaatsen	8
7.3	<i>Analyse</i>	9
7.4	<i>Blanco test</i>	10
8	Berekeningen	10
9	Kwaliteitscontrole	11
10	Verslag	11
11	Referentie	12

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.9.5 van december 2009.

Deze methode beschrijft de kolomproef waarbij slechts één eluaatfractie wordt opgevangen en waarin dan de cumulatieve uitloging van anorganische componenten uit granulaire materialen wordt bepaald. Het gaat om een dynamische uitloging, waarbij het materiaal éénmalig doorstroomd wordt met een hoeveelheid water. Het resultaat van deze bepaling is de afgifte (uitloging) van componenten (in mg per kg droge stof) die optreedt onder de experimentele testcondities, zoals hierna beschreven.

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

Deze uitloogmethode is een basiskarakteriseringstest voor afvalstoffen, waarbij kan worden vastgesteld of ze aanvaardbaar zijn op stortplaatsen (cfr Europese beschikking van de Raad van 19 december 2002 tot vaststelling van criteria en procedures voor het aanvaarden van afvalstoffen op stortplaatsen overeenkomstig artikel 16 en bijlage II van Richtlijn 1999/31/EG betreffende het storten van afvalstoffen).

Omwille van dit specifieke toepassingsgebied en om verwisseling te vermijden met de klassieke kolomproef (aanwending van afvalstoffen als niet-vormgegeven bouwstoffen) wordt deze uitloogmethode aangeduid als 'kolomproef voor stortplaats'.

2 PRINCIPE

Deze methode heeft als doel de uitloging van anorganische componenten uit granulaire materialen te simuleren nadat een L/S-waarde van 10 liter per kg droge stof bereikt is.

Het te onderzoeken materiaal, met een deeltjesgrootte kleiner dan 4 mm (met of zonder verkleining), wordt in een verticaal opgestelde kolom van onderuit met een uitloogvloeistof (gedemineraliseerd pH-neutraal water) doorstroomd, zodat de kolom verzadigd is. Na doorstroming van een vaste hoeveelheid uitloogvloeistof gelijk aan een vloeistof-tot-vaste-stof verhouding (L/S-waarde) van 10 liter per kg droge stof, worden de concentraties van de uitgeloopte componenten in het eluaat gemeten. De pH-waarde van het eluaat wordt opgelegd door het materiaal zelf.

Op basis van de resultaten van de kolomproef kan de emissie (uitgeloopte hoeveelheid) van elke geanalyseerde component worden berekend.

Opmerking 1: Indien voor de parameter sulfaat (facultatief) de C_0 -concentratie moet bepaald worden, wordt de sulfaatconcentratie gemeten in een klein representatief deelmonster (max. 5 ml) van opgevangen eluaat na doorstroming van 0.1 liter per kg droge stof uitloogvloeistof (L/S 0.1 l/kg ds). De uitloging bij L/S 10 l/kg ds van de analyseparameters wordt bepaald op de totale doorgestroomde hoeveelheid uitloogvloeistof (incl. het resterende eluaat na deelmonsternamen voor C_0) van 10 liter per kg ds.

Opmerking 2: Bij overschrijding van het DOC gehalte kan op vraag van de klant een heranalyse voor DOC aangevraagd worden na uitloging bij 1 welbepaalde pH waarde tussen 7.5 en 8 volgens EN 14429 (VLAREM artikel 5.2.4.1.7 §4).

3 OPMERKINGEN

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

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

Het gebruik van enkel deze methode laat niet toe het uitlooggedrag van een materiaal te bepalen. Voor het bepalen van het dynamisch uitlooggedrag van de uitloging van anorganische componenten als functie van de verhouding tussen L/S-waarde, variërend tussen 0,1 en 10 l per kg droge stof, wordt verwezen naar CMA/2/II/A.9.1.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

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

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

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

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

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

5 REAGENTIA

5.1 gedemineraliseerd pH-neutraal water met een geleidbaarheid van ten hoogste 5 $\mu\text{mS/cm}$

6 MONSTERBEHANDELING

6.1 MONSTERNEMING

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

Het materiaal dat in het labo toekomt (laboratoriummonster) moet tenminste 2,5 kg droge stof bedragen (in het geval een kolom met diameter van 5 cm wordt gebruikt). Gebruik een monsterverdeler (4.12) of kwarteer om het materiaal verder op te splitsen.

6.2 MONSTERBEREIDING

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

Voor de uitvoering van deze methode moet ten minste 95% (massa) van het analysemonster een deeltjesgrootte hebben kleiner dan 4 mm. Hiertoe wordt het materiaal (laboratoriummonster) gezeefd en wordt de zeefrest gewogen.

Indien de zeefrest minder dan 5% (massa) bedraagt, wordt de zeefrest terug bij de zeefdoorval gevoegd en gehomogeniseerd.

Indien het grovere materiaal (zeefrest) meer dan 5% (massa) bedraagt, wordt de volledige grovere fractie verkleind. Het materiaal mag in geen geval fijn gemalen worden. Niet-breekbaar materiaal (bijv. metallische deeltjes zoals moeren, bouten, schroot) wordt verwijderd en het gewicht en de aard ervan wordt genoteerd. Na verkleining wordt het verkleinde en het gezeefde materiaal samengebracht en gehomogeniseerd (met uitzondering van het niet-breekbaar materiaal).

Uit het gehomogeniseerde materiaal wordt het analysemonster genomen.

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

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

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

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

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

6.3 ANALYSEMONSTER

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

6.4 BEPALING VAN HET DROGE STOF GEHALTE (%)

Het analysemonster bekomen na 6.2 wordt niet verder gedroogd.

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

7 PROCEDURE

De cumulatieve uitloging nadat een L/S-waarde van 10 l per kg droge stof is bereikt, wordt bepaald door achtereenvolgens:

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

7.1 EISEN ELUAATMONSTERS

Bepaal de hoeveelheid eluaat die nodig is voor de analyse van de 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/1B);
- bepaal aan de hand van het voorgaande voor elke te analyseren component de minimaal noodzakelijke hoeveelheid eluaat en de wijze waarop de eluaatmonsters moeten worden geconserveerd. Raadpleeg hiervoor CMA/1/B.

Opmerking: Om veranderingen in het eluaat door fysische, chemische of biologische reacties te voorkomen, moeten de 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 (bijv. chloride, sulfaat, fluoride) te conserveren, mag juist niet worden aangezuurd.

7.2 UITVOERING KOLOMPROEF STORTPLAATS

De kolomproef stortplaatsen bij L/S-waarde 10 l/kg ds wordt uitgevoerd bij een temperatuur van $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

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

7.2.1 VOORBEREIDING

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

Breng aan de onder- en bovenzijde van de kolom afsluiters aan, voorzien van voorfilters en -in het geval van in-line filtratie:- aan de bovenzijde een membraanfilter om meespoelen van fijne deeltjes met het eluaat te voorkomen. De afsluiters moeten zo zijn aangebracht dat de vloeistofstroom niet om de filters heen kan en dat geen open ruimte boven het materiaal achterblijft.

Weeg de kolom, inclusief afsluiters en de daarin aangebrachte filters (zonder aan-en afvoerslangen).

7.2.2 VULLEN EN PAKKEN VAN DE KOLOM

Vul de kolom met het analysemonster tot een bedhoogte van ten minste 4 maal de binnendiameter van de kolom.

Tijdens het vullen moet zorg worden gedragen voor een goede pakking in de kolom. Vul daartoe de kolom laagsgewijs in lagen van ca. 5 cm. Verdicht elke laag afzonderlijk door een valgewicht van ca. 125 g driemaal vanaf een hoogte van ca. 20 cm te laten vallen.

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

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

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

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

Opmerking: Zelfs indien goed gepakt, kan de doorstroming bij sommige materialen in de loop van de proef nog problemen veroorzaken. Meestal gaat het om materialen die ~~niet of moeilijk waterdoorlatend zijn~~, en/of met hydraulische (~~reactieve~~) eigenschappen, die leiden tot uitzetting, lage permeabiliteit, en zelfs breken van de kolom. ~~Volgende procedures kunnen dan toegepast worden:~~

- menging met een inert mineraal materiaal bijv. uitgegloeid gewassen zeezand, glasparels (max. 2 mm in diameter), in een verhouding van maximaal 1:1
- voorafgaandelijk laten reageren met ultrapuur water, eventueel voordrogen bij 40°C (indien nodig)

Een opmerking wordt aan het analyseverslag toegevoegd.

~~Een mogelijkheid om toch de uitloging onder percolerende omstandigheden te bepalen, is gebruik maken van een (naar boven) verstelbare afsluiter voor de kolom, of door het materiaal minder te compacteren. Beide mogelijkheden leiden echter tot een minder goede reproduceerbaarheid.~~

Weeg de aldus gevulde kolom tot op 1 g nauwkeurig.

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

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

waarin:

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

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

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

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

7.2.3 OPSTARTEN EN UITVOEREN KOLOMPROEF STORTPLAATSEN

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

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

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

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

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

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

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

waarin:

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

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

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

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

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

Controleer regelmatig de doorstroomsnelheid van de uitloogvloeistof en/of mogelijk dichtslibben van de filter. Pas eventueel het pompdebiet aan binnen de gegeven grenzen. Bij dichtslibben van de (een) filter(s), wordt deze vervangen.

Vervolg de doorstroming tot een totale hoeveelheid van $(10 \pm 0,2) \cdot m_0$ liter water is bereikt. Dit is het te analyseren eluaat. Meet van het opgevangen eluaat het volume V (op 1 ml nauwkeurig). Filtreer het eluaat off-line over een $0,45 \mu\text{m}$ membraanfilter, indien geen in-line filters werden gebruikt.

Opmerking: Indien voor de parameter sulfaat (facultatief) de C_0 -concentratie moet bepaald worden, wordt een klein representatief deelmonster (max. 5 ml) voor de analyse van sulfaat uit de opvangrecipiënt genomen op het moment dat een hoeveelheid van $(0,1 \pm 0,01) \cdot m_0$ liter water is doorgestroomd. Meet voor deze deelmonsternamen het volume V_0 van het opgevangen eluaat (op 1 ml nauwkeurig). Vervolg de doorstroming tot de oorspronkelijke totale hoeveelheid van $(10 \pm 0,2) \cdot m_0$ liter water is bereikt. Filtreer het deelmonster voor de bepaling van C_0 off-line over een $0,45 \mu\text{m}$. De pH en de geleidbaarheid van dit deelmonster hoeven niet bepaald te worden.

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

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

Verdun het eluaat met ultrapuur water (5.1) 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. 75 mS/cm te brengen, wordt voorkomen dat precipitatiereacties optreden ten gevolge van de relatief hoge concentraties aan uitgeloopte componenten.

Opmerking: Bij lage geleidbaarheden van het eluaat kan het in de kolom doorstroomde volume water berekend worden uit de massa van het opgevangen eluaat, omdat de dichtheid daarvan vrijwel gelijk is aan $1,00 \text{ l/kg}$. De dichtheid van onverdund eluaat, waarvan de geleidbaarheid hoger is dan 200 mS/cm , is echter niet bekend en doorgaans hoger dan $1,00 \text{ l/kg}$. De doorgestroomde hoeveelheid water moet in dat geval volumetrisch bepaald worden (zowel voor als na verdunnen).

7.3 ANALYSE

Verdeel het 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 concentraties van de beoogde componenten volgens de analysemethoden beschreven in CMA/2/I (anorganische analysemethoden/water).

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

7.4 BLANCO TEST

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

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

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

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

De eluaten van de blanco test moeten aan de volgende minimumvoorwaarden voldoen: de concentratie van elke component die wordt beschouwd in het eerste blanco eluaat moet kleiner zijn dan de bepalingsgrenzen van de betreffende component.

De geleidbaarheid van het tweede blanco eluaat moet kleiner zijn dan 5 $\mu\text{S/cm}$.

Als deze voorwaarden niet worden vervuld, dient de oorzaak van de contaminatie achterhaald te worden, en wordt de blancoprocedure herhaald. De resultaten van de blanco test worden niet afgetrokken van de resultaten van de uitloogtest.

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

8 BEREKENINGEN

Bereken voor iedere component de uitgeloopte hoeveelheid (emissie E) in het eluaat met de formule:

$$E = \frac{V}{m_0} \times \frac{c}{f} \quad (3)$$

waarin:

E = de uitgeloopte hoeveelheid (emissie) van een component per hoeveelheid analysemonster, in mg per kg droge stof;

c = de concentratie van die component in het opgevangen eluaat (7.3), in $\mu\text{g/l}$;

m_0 = de massa van de analyseportie in de kolom in kg droge stof;

V = het volume van het opgevangen eluaat in l;

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

De in formule (3) bedoelde concentratie c is de oorspronkelijk in het eluaat aanwezige concentratie; de volgens 7.3 bepaalde meetwaarde moet worden gecorrigeerd voor de in 7.2 toegevoegde hoeveelheid conserveringsmiddel indien dit meer bedraagt dan 1 ml per 250 ml eluaat.

Indien de concentratie c van een component in het eluaat beneden de bepalingsgrens ligt, moeten voor die component volgende berekening worden uitgevoerd. De $E_{L/S=10}$ wordt berekend door in formule (3) c gelijk te stellen aan de bepalingsgrens.

9 KWALITEITSCONTROLE

- Waterkwaliteit conform de gestelde eisen in §5.
- Temperatuur van het laboratorium conform de gestelde eis in §7.2.
- Regelmatige controle van het doorstromingsdebiet van kolom conform de eis in formule 2 in §7.2.3
- 1x/maand (als er kolomproeven lopen) wordt een procedure blanco volgens 7.4 uitgevoerd.
- 2 à 6 x/jaar (frequentie afstemmen op aantal uitgevoerde kolomproeven) wordt een reëel controlemonster uitloging opgestart. Hierbij worden minimaal pH en geleidbaarheid opgevolgd, alsook min. 2 relevante parameters (in functie van de uitloogbaarheid van het controlemonster) met concentratieniveau minimaal 2 x groter dan de bepalingsgrens.
- Facultatief: duplometing kolomproef op een routinemonster.

Opmerking: De kwaliteitscontrole kan desgevallend gecombineerd worden met deze van CMA/2/II/A.9.1. In dat geval moet bij de keuze van de parameters voor het controlemonster moet rekening gehouden worden met genormeerde parameters voor bouwstoffen en stortplaatsen.

10 VERSLAG

Het verslag moet ten minste de volgende gegevens bevatten:

- verwijzing naar de referentie in het CMA, indien de kolomproef niet volledig conform werd uitgevoerd moeten alle afwijkingen gemotiveerd worden zoniet mag niet naar de referentie verwezen worden;
- voorbehandeling van het analysemonster (methode van verkleinen, inclusief het drogen indien dit nodig was, fractie > 4 mm, fractie niet-breekbaar, methode van verdelen, droge stofgehalte in %;
- tijdsduur van de kolomproef (begin - einde);
- de opgevangen eluaatfractie(s) met respectievelijke L/S-waarden afgerond op maximum 2 significante cijfers;
- pH van de eluaatfractie(s);
- de onderzochte componenten en hun bepalingsgrenzen in het eluaat;
- de gemeten concentraties van de onderzochte componenten in het eluaat (in mg/l of µg/l, zoals gewenst) op maximum 2 significante cijfers;
- de berekende uitloging (emissie) van de onderzochte componenten (in mg/kg ds) bij de overeenstemmende L/S-waarde. Indien voor een parameter het analyseresultaat onder de bepalingsgrens ligt, wordt de emissie berekend op basis van de bepalingsgrens, voorafgegaan door '<';

11 REFERENTIE

- CMA/2/II/A.9.1 - Bepaling van de uitloging van anorganische componenten met de kolomproef voor bouwstof
- **NBN EN 14405:2017** - Characterization of waste – Leaching behaviour tests – Up-flow percolation test (under specified conditions)
- NEN 7383:2004 - Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de cumulatieve uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen met een vereenvoudigde procedure voor de kolomproef – Vaste grond- en steenachtige materialen.
- **NBN EN 14429** Characterization of waste – Leaching behaviour test – Influence of pH on leaching with initial acid/base addition