

De beschikbaarheidstest; een samenvattende beschouwing

Dit project is uitgevoerd onder contract met NOVEM, in het kader van het Taakstellend Plan ten behoeve van de beoordeling van bouw- en afvalstoffen, dat gefinancierd wordt door de Ministeries van VROM, EZ en VenW

Referentienummer 91-443
Dossiernummer 112322-17804/22481
Datum juni 1992
P

Auteur
Ir. E. Mulder

Trefwoorden
— anorganische componenten
— beschikbaarheidstest
— ontwerpnorm
— uitloging

Bestemd voor
NOVEM
St. Jacobstraat 61
3511 BP Utrecht

Samenvatting

In het kader van het Taakstellend Plan SOSUV is, in opdracht van NOVEM, het project 'Opstellen van een ontwerpnorm voor de beschikbaarheidstest' uitgevoerd door TNO-Milieu en Energie.

Het project heeft geresulteerd in het voorliggende rapport, dat een korte schets geeft van het ontstaan van de beschikbaarheidstest. In het rapport wordt aandacht geschonken aan de relatie van de test met andere uitloogtests, het doel van de test en een onderbouwing van de keuzes die gemaakt zijn ten aanzien van de monster-voorbehandeling, de pH en de L/S-verhouding. Tevens wordt aandacht besteed aan de precisie bij uitvoering van de test.

De beschikbaarheidstest; een samenvattende beschouwing

Inhoudsopgave

	Samenvatting	2
1	Inleiding	4
2	Ontstaan van de test.....	5
3	Precisie bij uitvoering van de test.....	9
4	Conclusie en aanbeveling	10
5	Referenties	11
6	Verantwoording	12

1 Inleiding

In het kader van het Taakstellend Plan is, in opdracht van NOVEM, het project ‘Opstellen van een ontwerp-norm voor de beschikbaarheidstest’ (NOVEM-overeenkomstnummer 25.101/0007) uitgevoerd door TNO-Milieu en Energie.

In het Taakstellend Plan, deel II (Projectenprogramma) wordt een procedure geschetst voor de totstandkoming van standaardvoorschriften. De beschikbaarheidstest is echter in SOSUV-kader zover ontwikkeld, dat binnen het Taakstellend Plan meteen is overgestapt naar stap 7 ‘het opstellen van de ontwerp-norm’. In het hiernavolgende wordt (in hoofdstuk 2) in het kort een schets gegeven van de reeds in SOSUV-kader uitgevoerde stappen 1 tot en met 6. Vervolgens wordt in hoofdstuk 3 ingegaan op de precisie bij uitvoering van de beschreven beschikbaarheidstest. In hoofdstuk 4 tenslotte wordt een conclusie getrokken, waaraan een aanbeveling gekoppeld wordt.

De ontwerp-tekst voor de norm ‘Bepaling van de beschikbaarheid voor uitloging van anorganische componenten uit bouwmaterialen en afvalstoffen (beschikbaarheidstest)’ is doorgegeven aan het Nederlands Normalisatie-Instituut (NNI). Deze norm is inmiddels door het NNI gepubliceerd als NEN 7341.

2 **Ontstaan van de test**

In dit hoofdstuk zal een korte schets gegeven worden van de ontwikkeling van de beschikbaarheidstest door de Studiegroep voor de Ontwikkeling van Standaard Uitloogtests voor Verbrandingsresiduen (SOSUV). De volgende punten komen hierbij aan de orde: de geschiedenis van de test, de relatie met andere uitloogtests, het beoogde doel van de test (de uitgangspunten) en de gemaakte keuzes ten aanzien van de monstervoorbehandeling, de pH en de L/S-verhouding.

Geschiedenis van de test

Van 1980 tot 1990 heeft de SOSUV zich bezig gehouden met het ontwerpen van een methode om het uitlooggedrag van verbrandingsresiduen eenduidig vast te leggen. Een onderdeel van de door deze groep ontwikkelde Standaard Uitloogtest vormt de Beschikbaarheidstest [1].

Relatie met andere uitloogtests

De beschikbaarheidstest kan opzichzelfstaand worden gebruikt, of in samenhang met één van de andere uitloogtests (kolomtest, cascadetest en standtest).

Opzichzelfstaand zal de test voornamelijk gebruikt worden om na te gaan in welke hoeveelheden de verschillende, in een bouw materiaal of afvalstof aanwezige anorganische componenten voor uitloging beschikbaar zijn.

In samenhang met de kolom- en/of cascadetest kan de beschikbaarheidstest gebruikt worden om snel een beeld te krijgen welke componenten *kunnen* uitlogen uit een bepaald materiaal, dus om een selectie van componenten te maken waarop de uitloogvloei stoffen van de kolom- en/of cascadetest geanalyseerd zullen worden. Uit onderzoek is gebleken dat de in de kolom- en cascadetest gezamenlijk uitlogende hoeveelheden (cumulatief tot $L/S = 100$) kleiner dan of gelijk zijn aan het voor uitloging beschikbare deel [2], [3].

In samenhang met de standtest wordt de beschikbaarheidstest gebruikt om de effectieve diffusiecoëfficiënt te kunnen berekenen. De werkelijk uitlogende hoeveelheden worden hierbij gerelateerd aan de voor uitloging beschikbare hoeveelheden [4]. Om de tortuositeit van het door middel van de standtest te onderzoeken produkt te kunnen inschatten is het van belang de beschikbaarheid van natrium (of een andere, snel uitlogende component) te bepalen [5].

Beoogde doel van de test (de uitgangspunten bij de ontwikkeling van de test)

De beschikbaarheidstest is ontwikkeld met een drietal uitgangspunten [5]:

- pH sturing op $pH=4$, dat als simulatie van de pH van regenwater wordt gezien;

De beschikbaarheidstest; een samenvattende beschouwing

- hoge L/S-verhouding (100 liter/kg) waarmee zoveel mogelijk voorkomen wordt, dat oplosbaarheidsbeperkingen de uitkomst van de test beïnvloeden;
- uitgaan van fijnkorrelig materiaal om aanwezige fysische belemmeringen op te ruimen.

Keuzes ten aanzien van de monstervoorbehandeling

Eén van de uitgangspunten bij de ontwikkeling van de beschikbaarheidstest was een dusdanige monstervoorbehandeling dat er met betrekking tot de uitloging geen fysische belemmeringen meer zouden zijn. In de praktijk zouden de te onderzoeken materialen op den duur immers ook uiteen kunnen vallen (desintegreren).

In eerste instantie werd gekozen voor een verkleining van het monster tot een maximale deeltjesgrootte van 3 mm. Uit onderzoek [6] bleek dat deze verkleining niet ver genoeg ging, om binnen een tijdsbestek van één dag een evenwichtssituatie te bereiken bij de uitvoering van de beschikbaarheidstest. Op basis van deze bevindingen werd daarom gekozen voor een dusdanige verkleining dat 95% (op massabasis) van de deeltjes kleiner is dan 125 µm. Hierdoor kan de testduur beperkt blijven. Momenteel wordt, in het kader van het TSP-project V2,4 en 5, onderzoek verricht naar de invloed van de methode (en daarmee de mate) van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag.

Een ander aspect van de monstervoorbehandeling betreft het drogen van het monster. Dit aspect is in SOSUV-verband wel regelmatig bediscussieerd, maar er is geen fundamenteel onderzoek naar gedaan. In SOSUV-verband werd de nadruk steeds gelegd op de nadelen van het drogen, namelijk

- het gevaar dat bepaalde componenten zouden vervluchtigen door de temperatuursverhoging;
- het gevaar dat er chemische reacties zouden gaan optreden door de temperatuursverhoging, met mogelijke consequenties hiervan voor het uitlooggedrag;
- een versmalling van het toepassingsgebied van de test, omdat slibben en andere 'reducerende' materialen tijdens het droogproces geoxideerd zouden worden met alle gevolgen van dien voor het uitlooggedrag.

In de vergaderingen van de Taakgroep Voorschriften en de Normcommissie Uitloogkarakterisering van bouwmaterialen en afvalstoffen zijn met name de voordelen van het drogen benadrukt, namelijk

- het gemak bij het verkleinen van het monster (een vochtig monster is moeilijk te verkleinen met de gebruikelijke apparatuur);
- eenduidigheid bij de uitvoering van de test (de L/S-verhouding kan voor een droog materiaal eenduidig worden berekend, en er hoeft achteraf geen correctie plaats te vinden bij het uitvoeren van de berekeningen).

Gezien het feit dat in het TSP-project V6 'Aanpassing van de uitloogtests ten behoeve van reducerende materialen' speciale aandacht geschonken werd aan de eerder genoemde nadelen van het drogen, lijkt het voor de hand liggend in het 'standaard voorschrift' voor uitvoering van de beschikbaarheidstest uit te gaan van een voorgedroogd monster. Dit impliceert dat vooralsnog materialen die langdurig onder anaërobe omstandigheden zullen worden toegepast, niet volgens het standaard voorschrift mogen worden getest.

Om te voorkomen dat tijdens het droogproces vervluchtiging van bepaalde componenten (bijvoorbeeld kwik) of chemische reacties zullen gaan optreden, wordt voorgesteld het droogproces te laten plaatshebben bij 40 °C.

Keuze van de pH

Zoals hierboven omschreven, is, wat de pH betreft, het uitgangspunt bij de ontwikkeling van de beschikbaarheidstest geweest een simulatie van een langdurige blootstelling aan zuur regenwater (van $\text{pH} = 4$). Bij langdurige blootstelling aan dit zure regenwater zal de buffercapaciteit (het zuur-neutraliserend-vermogen) van het materiaal afnemen, en op den duur tot nul gereduceerd zijn. Op dat moment zal het materiaal niet meer zelf de pH van het percolatiewater bepalen, maar zal het de pH van het regenwater opgedrongen krijgen (Inmiddels zal de pH van het percolatiewater het hele traject van de oorspronkelijke pH van het materiaal tot die van het regenwater hebben doorlopen.).

Uit onderzoek in de jaren 1987 - 1989 is gebleken dat de uitloging van anionen (As, Mo, Sb, Se en V) in het neutrale gebied (rond $\text{pH} = 7$) hoger is dan bij $\text{pH} = 4$ [6],[7]. Gezien het uitgangspunt, is daarom gekozen voor een uitvoering in twee stappen, waarbij in de eerste stap een pH van 7 wordt opgedrongen, en in de tweede stap een pH van 4.

Na bespreking van eerdere versies in de Taakgroep Voorschriften en in de Normcommissie is voorgesteld het zuur-neutraliserend-vermogen te kwantificeren. Hiervoor is gekozen een grootheid 'zuur-neutraliserend-vermogen' (ZNV) met als éénheid mol/kg (mol zuur per kilogram droog materiaal).

Keuze van de L/S-verhouding

Het derde uitgangspunt bij de ontwikkeling van de beschikbaarheidstest betreft de L/S-verhouding bij de uitvoering van de test. Het gaat er hierbij om te voorkomen dat er bij de uitvoering van de test oplosbaarheidsbeperkingen op zullen treden, waardoor bepaalde componenten in de test minder zullen uitlogen dan in werkelijkheid (in de praktijk) het geval zal zijn. Hierom is indertijd gekozen voor een ruime overmaat aan extractievloeistof (namelijk $\text{L/S} = 100 \text{ l/kg}$). Bij aanpassing van de test-omschrijving van één-traps naar twee-traps is vrijwel automatisch de L/S-verhouding van 100 voor de eerste stap (en dus ook voor de tweede stap) gehandhaafd. Dit betekent cumulatief een L/S-verhouding van 200. Dit kan voor sommige componenten aanleiding geven tot problemen bij het gebruik van de beschikbaarheidstest als indicatieve test voor de selectie van componenten voor analyse in de kolom- of standtest. Het meten van een onderste bepalingsgrens in de beschikbaarheidstest geeft in dat geval nog niet de garantie dat de in het conceptbouwstoffenbesluit gestelde normen voor uitloging middels de kolom- of standtest niet zullen worden overschreden. De relatie tussen normen en onderste bepalingsgrenzen is nader uitgewerkt in project V9 van het TSP 'Kwaliteitseisen ten aanzien van de analysemethoden' [8].

Op basis van de overwegingen:

- dat bij een cumulatieve L/S-verhouding in de beschikbaarheidstest van 200 de bovengenoemde garantie pas gegeven kan worden indien onderste bepalingsgrenzen gerealiseerd kunnen worden die een factor 4 tot 5 lager liggen dan de in [8] genoemde voor de stand- of diffusietest;
- dat het bij een cumulatieve L/S-verhouding van 100 nog gaat om een factor van ongeveer 2;

De beschikbaarheidstest; een samenvattende beschouwing

- dat uit het Mammoetonderzoek [2] blijkt dat (behalve voor hoofdcomponenten als calcium, chloride, sulfaat enzovoort) de voor uitloging beschikbare hoeveelheden vrijwel altijd minimaal een factor 10 groter zijn dan de in de kolomtest tot $L/S = 10$ uitlogende hoeveelheden, wordt voorgesteld in de beschikbaarheidstest in zowel de eerste als de tweede stap een L/S -verhouding voor te schrijven van 50 l/kg, waardoor de cumulatieve L/S -verhouding weer op 100 l/kg komt.

3 Precisie bij uitvoering van de test

Wat de precisie van de uitvoering van de beschikbaarheidstest betreft, wordt onderscheid gemaakt in de herhaalbaarheid (binnen één laboratorium) en de reproduceerbaarheid (tussen verschillende laboratoria). De herhaalbaarheid en de reproduceerbaarheid van de beschikbaarheidstest-in-z'n-totaliteit worden bepaald door drie, onafhankelijke factoren:

- de homogeniteit van de te tests (deel)monsters;
- de herhaalbaarheid (reproduceerbaarheid) van de uitvoering van de test zelf;
- de herhaalbaarheid (reproduceerbaarheid) van de analyse van het extract.

Als resultaat van uitgevoerde (beperkte) ringonderzoeken worden de volgende herhaalbaarheden en/of representativiteiten genoemd:

- Herhaalbaarheid van de totale test 6 - 24%. Als herhaalbaarheid van de analyse van het extract wordt hierbij opgegeven 1 - 11%. Uitgaande van een homogeen monster betekent dit een herhaalbaarheid van de beschikbaarheidstest zelf van 5 - 13% [6].
- Herhaalbaarheid (bij redelijke concentraties in de uitloogvloeistof) voor de beschikbaarheidstest in z'n totaliteit 5 - 20%. Bij lage concentraties kan dit aanzienlijk hoger liggen [7].
- Herhaalbaarheid van 2 - 10% [5].
- Reproduceerbaarheid van de chemische analyse bij uitvoering van de beschikbaarheidstest 5 - 20% [7].
- Reproduceerbaarheid van de beschikbaarheidstest in z'n totaliteit 10 - 75% [5].

4 Conclusie en aanbeveling

Uit de hoofdstukken 2 en 3 kan geconcludeerd worden dat in de ontwikkeling van het standaardvoorschrift van de beschikbaarheidstest door de SOSUV de stappen 1 tot en met 5 volledig zijn doorlopen. Stap 6, het grote ringonderzoek, kan niet als afgedaan worden beschouwd, gezien:

- de grote verschillen in opgegeven herhaalbaarheden en reproduceerbaarheden en in testomschrijving van de beschikbaarheidstest in deze ringonderzoeken;
- het feit dat slechts van één beperkt ringonderzoek gegevens over de reproduceerbaarheid van de beschikbaarheidstest bekend zijn;
- het feit dat de testomschrijving ook nu weer is gewijzigd.

Hierom wordt aanbevolen opnieuw een ringonderzoek uit te voeren, waaraan dan tenminste zes laboratoria mee moeten doen, waarbij gekeken wordt naar de herhaalbaarheid en de reproduceerbaarheid van de beschikbaarheidstest in z'n totaliteit, maar ook naar die van de beschikbaarheidstest als zodanig (dus zonder de analyse van het extract). Het hoofdstukje 'Precisie' in de conceptnorm zal vervolgens ingevuld moeten worden op basis van de uitkomsten van het uit te voeren ringonderzoek.

5 Referenties

- [1] Karakterisering en beoordeling van het uitlooggedrag van reststoffen en reststofprodukten in relatie tot praktijksituaties, A. Kok, R. Gerritsen en H.A. van der Sloot.
- [2] Integrale evaluatie van de deelonderzoeken (Mammoet rapport, deel 13), C.W. Versluijs, I.H. Anthonissen en E.A. Valentijn, RIVM-rapport, nr. 738504008, Bilthoven, juli 1990.
- [3] Vliegas in grofkeramische produkten, R. Gerritsen, TNO-rapport, nr. 90-014425, Apeldoorn, oktober 1990.
- [4] Beoordeling van bouwstoffen in het licht van het Bouwstoffenbesluit-WBB (Workshopverslag 1-11-89, Bilthoven) bijdrage van H.A. van der Sloot e.a., uitgave van NOVEM en RIVM.
- [5] Statusrapport uitloging reststoffen en reststofprodukten, H.A. van der Sloot en R. Gerritsen, ECN-rapport, nr. ECN-PB-98-8 (ISBN 90-375-0241-5), Petten, 1989.
- [6] Afrondende werkzaamheden werkgroep SOSUV-1, KEMA-onderzoek "Invloed van de extractiecondities op de beschikbaarheidstest", KEMA-rapport, nr. 70137-SBA-2, november 1988.
- [7] Onderzoek beschikbaarheidstest (SOSUV-werkgroep I), Intron-rapport, nr. 95360, augustus 1989.
- [8] Notitie "Beoordelingsprotocol ten behoeve van de initiële milieuhygiënische karakterisering van bouw- en afvalstoffen (voorschriftenprogramma project V9)", DGM, april 1991.

6 Verantwoording

Naam en adres van de opdrachtgever

NOVEM
St. Jacobstraat 61
3511 BP Utrecht

Namen en functies van de medewerkers

Ir. E. Mulder - onderzoeker

Namen van instellingen waaraan een deel van het onderzoek is uitbesteed

-

Datum waarop, of tijdsbestek waarin, het onderzoek heeft plaatsgehad
december 1990 - september 1991

Ondertekening



Ir. E. Mulder
onderzoeker

Goedgekeurd door



Ir. C.L. van Deelen
werkgroep leider