

**De invloed van deeltjesverkleining op het
uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen**

Referentienummer 92-214
Dossiernummer 112322-23556
Datum juli 1992
NP

Auteurs
Ir. J.J.D. van der Steen
Ing. G.J. Grootenboer

Bestemd voor
NOVEM B.V.
Dr. J.J.J.M. Goumans
Postbus 8242
3503 RE Utrecht

Samenvatting

Onderhavig rapport getiteld 'De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen' is opgebouwd uit enerzijds een literatuurinventarisatie op basis van eerder uitgevoerd onderzoek naar de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag en anderzijds uit een aanvullend experimenteel onderzoek naar het effect van verkleining op de deeltjesgrootteverdeling en het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen. Opgemerkt dient te worden dat de informatie uit de literatuurstudie zich maar voor een deel rechtstreeks laat vergelijken met de resultaten van het in dit project uitgevoerde aanvullende experimentele onderzoek, dit omdat de in het verleden uitgevoerde onderzoeken (deels) afwijkende doelstellingen kenden. In het vervolg van deze samenvatting zal de tweedeling literatuurinventarisatie versus experimenteel onderzoek worden aangehouden.

Inventarisatie literatuur

Verkleinen van materialen ten behoeve van de standaarduitloogtest kan gevolgen hebben voor de uitloging van elementen, hetgeen echter niet automatisch hoeft te betekenen dat door verkleining hogere uitloogconcentraties worden verkregen. Integendeel, het concentratieverlagende effect door de verhoging van de pH tengevolge van de verkleining kan het concentratieverhogende effect van oppervlaktevergroting van het materiaal overheersen. Bij dit laatste handelt het om uitloogtests waarbij het te onderzoeken materiaal zelf de samenstelling van de uitloogvloeistof dicteert.

De maximale deeltjesgrootte van 125 μm voor de beschikbaarheidstest blijkt een goede te zijn. Bij een dergelijk kleine deeltjesgrootte wordt het resultaat van de test minder beïnvloed door een trage diffusie van elementen uit het materiaal, hetgeen de reproduceerbaarheid van de test in belangrijke mate bevordert. Op basis van de geïnventariseerde onderzoeken, waarin beschikbaarheidstests zijn uitgevoerd op verschillende deeltjesgroottefracties van fosforslak, vliegas/cement prisma en AVI-slak en tevens op AVI-slak als zodanig en tot < 3 mm verkleinde AVI-slak, kan het volgende worden gesteld:

- voor fosforslak en vliegas/cement prisma geldt dat de maximale uitloging niet of nauwelijks afhankelijk is van de zeeffractie waarop de test is uitgevoerd, hetgeen waarschijnlijk wordt veroorzaakt doordat bij de beschikbaarheidstest niet het materiaal, maar de uitvoering van de test de pH van de contactvloeistof en dus de uitloging dicteert;
- voor AVI-slak blijken de uitloogpercentages veelal toe te nemen naarmate de (oorspronkelijke) zeeffractie afneemt. Aangezien alle zeeffracties tijdens de beschikbaarheidstest, qua pH en deeltjesgrootte, onder identieke omstandigheden zijn uitgelogd, kan worden geconcludeerd dat de vorm waarin de elementen in de AVI-slak aanwezig zijn per fractie verschillend is. Voor de maximale uitlogingen van de AVI-slak als zodanig en de tot < 3 mm verkleinde AVI-slak geldt dat deze redelijk overeenkomen, hetgeen naast de pH-sturing van de test waarschijnlijk wordt veroorzaakt doordat de uitloogbare fractie met name is gelokaliseerd in de zeeffracties met een deeltjesgrootte < 4 mm.

De geïnventariseerde onderzoeken spreken elkaar tegen, daar waar de resultaten een onderlinge vergelijking mogelijk maken. Desondanks kan worden gesteld dat de invloed van de deeltjesgrootte(verkleining) op het uitlooggedrag bij die uitloogtests, waarbij het materiaal zelf de samenstelling van de contactvloeistof bepaalt, duidelijker is. Uit met name het RIVM-onderzoek [1] (paragraaf 2.2.2) blijkt dat bij deze tests, die het tijdseffect van de uitloging moeten voorspellen, een verkleining van het materiaal tot < 3 mm (conform NVN 2508) aanleiding kan zijn voor verschillen in het uitlooggedrag van elementen. Het is hierbij niet altijd regel dat de uitloging toeneemt als gevolg van verkleinen. Voor sommige elementen valt zelfs een afname te verwachten en te constateren als gevolg van een pH-stijging. De maximale deeltjesgrootte zelf, maar ook de wijze waarop deze wordt bereikt, kan van invloed zijn op het resultaat van de uitloogtest.

Experimenteel onderzoek

Het experimentele onderzoek is onderverdeeld geweest in een tweetal onderdelen, te weten:

1. Effect van verkleinen tot < 4 mm (conform ontwerp NEN 7343) [5] op de deeltjesgrootteverdeling en het uitlooggedrag van fosforslak en lytag. In dit onderdeel is de invloed en de methode van verkleinen nader onderzocht.
2. Effect van verkleinen tot < 125 µm (conform ontwerp NEN 7341) [3] op de deeltjesgrootteverdeling en het uitlooggedrag van fosforslak. In dit onderdeel werd met name de relatie tussen het type verkleinapparaat en de deeltjesgrootteverdeling/uitlooggedrag onderzocht.

ad 1:

Ten aanzien van de resultaten van de deeltjesgrootteverdelingen na de verschillende methoden van verkleinen tot < 4 mm (materiaal afzeven op 4 mm gevolgd door verkleining tot < 4 mm van de fractie > 4 mm respectievelijk het materiaal in zijn totaliteit verkleinen tot < 4 mm), is te concluderen dat er niet of nauwelijks verschil is tussen beide verkleinmethoden. Voor fosforslak geldt dat de matrixelementen, zoals calcium en natrium, een duidelijke verhoging van de uitloging als gevolg van verkleinen geven, terwijl de uitloging van de spoorelementen arseen, molybdeen en zink niet of nauwelijks wordt beïnvloed door de verkleining. Voor lytag daarentegen wordt voor het matrixelement calcium en twee van de drie spoorelementen (arsen, zink) een hogere uitloging van het onverkleinde monster in relatie met de verkleinde monsters gevonden. Wellicht dat de produktie van lytag hieraan op enige wijze ten grondslag ligt. Aangezien deze uitloogtests met name worden uitgevoerd ter bepaling van de in potentie milieuhygiënisch bezwaarlijke spoorelementen, kan het bovenstaande experimentele onderzoeksresultaat als een onderbouwing van de maximale deeltjesgrootte van 4 mm voor uitvoering van de kolom- en cascadetest op korrelvormige materialen worden gezien. Hierbij dient echter niet uit het oog te worden verloren dat bij een materiaal als fosforslak de matrixelementen als gevolg van verkleinen wel een verhoogde uitloging kennen.

ad 2:

Ten aanzien van de resultaten van de deeltjesgrootteverdelingen na verkleinen tot < 125 µm met een viertal apparaten, blijken er drie nagenoeg niet te verschillen (verdelingen na verkleinen met de schijventrilmolen, de kruisslagmolen en de agaath mortier). De deeltjesgrootteverdeling na verkleinen met de kogelmolen vertoont een duidelijk ander patroon, met dien verstande dat de resterende fractie

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

uit aanzienlijk grovere deeltjes bestaat. Een vergelijking van de beschikbaarheden van de metalen per verkleinmethode leert dat voor de meeste van de geanalyseerde elementen de schijventrilmolen voor de grootste beschikbaarheid zorgdraagt. Ten aanzien van de beschikbaarheden van een drietal spoorelementen kan geconstateerd worden dat om onduidelijke reden (wellicht contaminatie) de spreiding onderling vrij groot is. Wellicht heeft als gevolg van het gebruik van de schijventrilmolen contaminatie van de verkleinde fosforslak plaatsgevonden. Met name de molybdeen contaminatie kan waarschijnlijk voorkomen worden door het gebruik van een ander maalgarnituur. Hoewel niet uit dit onderzoek blijkend, kan worden gesteld dat ook de kruisslagmolen in potentie voor contaminatie van het te verkleinen materiaal kan zorgen.

Op basis van het onderzoek is niet zondermeer een verkleinapparaat als standaardapparaat voor de beschikbaarheidstests aan te wijzen.

Inhoudsopgave

	Samenvatting	2
1	Inleiding	6
2	Inventarisatie van uitgevoerd onderzoek naar de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag	7
2.1	Inleiding	7
2.2	Onderzoek naar de praktijkrelevantie van de standaarduitloogtest door middel van schaalvergroting	7
2.2.1	Inleiding	7
2.2.2	Schaalvergroting up-flow versus standaarduitloogtest: pH-effect tengevolge van verkleinen	8
2.2.3	Schaalvergroting up-flow versus standaarduitloogtest: de uitloging van metalen en anionen tengevolge van verkleinen	9
2.3	Invloed van deeltjesgrootteverdeling van reststoffen en reststofprodukten op het uitlooggedrag van hoofd- en spoorelementen	10
2.3.1	Inleiding	10
2.3.2	Invloed van deeltjesgrootte op het uitlooggedrag van vlieg-as/cement prisma's en fosforslak	11
2.3.3	Relatie korrelgrootte en uitlooggedrag AVI-slakken	14
3	Experimenteel onderzoek	19
3.1	Inleiding	19
3.2	Effect van verkleinen tot < 4 mm op het uitlooggedrag van fosforslak en lytag	19
3.2.1	Inleiding	19
3.2.2	Uitvoering verdeling en verkleining fosforslak en lytag ..	20
3.2.3	Deeltjesgrootteverdeling fosforslak en lytag	21
3.2.4	Uitlooggedrag fosforslak en lytag (kolomtest)	24
3.3	Effect van de verkleiningsmethode tot < 125 mm op het uitlooggedrag van fosforslak	26
3.3.1	Inleiding	26
3.3.2	Uitvoering verkleiningsexperimenten tot < 125 mm	27
3.3.3	Deeltjesgrootteverdeling fosforslak	28
3.3.4	Uitlooggedrag fosforslak (beschikbaarheidstest)	29
4	Conclusies en aanbevelingen	32
5	Literatuur	36
6	Verantwoording	37

Bijlage 1 Uitvoering analyses

Bijlage 2 Gegevens beschikbaarheidstests

Bijlage 3 Verdeelschema fosforslak en lytag

Bijlage 4 Cumulatieve emissies fosforslak – kolomtests

Bijlage 5 Cumulatieve emissies lytag – kolomtests

1 Inleiding

De doelstelling van het project 'Evaluatie van bestaande monstervoorbehandelingsmethoden, opstellen van monstervoorbehandelingsvoorschriften en onderzoek naar de invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen' is het voor korrelvormige bouwmaterialen en afvalstoffen vaststellen van het effect van het verkleinen van de materialen op het uitlooggedrag, het onderzoeken welke factoren een rol spelen bij de monstervoorbehandeling en op basis hiervan het evalueren van de bestaande monstervoorbehandelingstechnieken en het komen tot experimentele voorschriften ten aanzien van de monstervoorbehandeling.

In onderhavig deelonderzoek wordt de invloed van het verkleinen van materialen op het uitlooggedrag daarvan vastgesteld. Dit gegeven is van belang in het licht van het streven naar zoveel mogelijk eensluidende uitloogprocedures, waarvoor het noodzakelijk is om de te onderzoeken materialen vooraf zoveel mogelijk éénvormig te maken. Om deze reden is voorgesteld om materialen met doorsneden van 4 tot 40 mm te verkleinen tot onder de 4 mm (ten behoeve van de kolom- en cascadetest), terwijl ten behoeve van het uitvoeren van de beschikbaarheidstest een verkleining tot onder 125 µm noodzakelijk is.

In het vervolg van deze rapportage worden in hoofdstuk 2 de resultaten weergegeven van een literatuurinventarisatie van in het verleden uitgevoerd onderzoek betreffende de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag.

In hoofdstuk 3 zijn de resultaten weergegeven van een in het kader van dit project uitgevoerd aanvullend experimenteel onderzoek naar de invloed die deeltjesgrootteverkleining op zich en het gebruik van verschillende methoden van verkleining hebben op het uitlooggedrag. In dit onderzoek is eerst het effect van verkleinen tot < 4 mm op de deeltjesgrootteverdeling en het uitlooggedrag van materialen onderzocht, gevolgd door een onderzoek naar het effect van verkleinen tot < 125 µm hierop. In het onderzoek zijn fosforslak en lytag als testmaterialen gebruikt. Fosforslak is gekozen omdat het naast grof ook fijn materiaal bevat en omdat de te verkrijgen resultaten mogelijk te vergelijken zijn met eerder uitgevoerd onderzoek. Lytag is gekozen omdat het geen (zeer) fijne deeltjes bevat en omdat het hoogst waarschijnlijk een moeilijk(er) uitloogbare oppervlaktelaag heeft.

In hoofdstuk 4 worden op basis van de voorgaande hoofdstukken enige belangrijke conclusies en dito aanbevelingen uit het onderzoek weergegeven.

De resultaten van zowel de literatuurstudie als het experimentele onderzoek en de hieruit af te leiden conclusies en aanbevelingen zullen dienen om de door de SOSUV gemaakte keuze van 125 µm en de door de Normcommissie NNI voorgestelde 4 mm als maximale deeltjesgrootte voor uitvoering van respectievelijk de beschikbaarheidstest en de kolom-/cascadetest op korrelvormige materialen te onderbouwen.

2 Inventarisatie van uitgevoerd onderzoek naar de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag

2.1 Inleiding

In dit hoofdstuk wordt op basis van de voorhanden zijnde literatuur een overzicht gegeven van in het verleden uitgevoerd onderzoek naar de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag. Hiertoe wordt in de paragrafen 2.2 en 2.3 een aantal onderzoeken beschreven waarin deze relatie experimenteel is onderzocht.

2.2 Onderzoek naar de praktijkrelevantie van de standaarduitloogtest door middel van schaalvergroting

2.2.1 Inleiding

In het raamproject 'Milieuhygiënische implicaties van nuttige toepassingen van primaire en secundaire grondstoffen, op of in de bodem', kortweg genoemd 'Mammoet '85' is door het RIVM een deelonderzoek getiteld 'Onderzoek naar de praktijkrelevantie van de standaarduitloogtest door middel van schaalvergroting' [1] uitgevoerd. In dit onderzoek is de standaarduitloogtest volgens NVN 2508 getest op effecten als gevolg van de vaak noodzakelijke verkleining van het te testen materiaal en de up-flow stromingsrichting van de uitloogvloeistof. Hiertoe zijn, naast het uitvoeren van de standaarduitloogtests aan het verkleinde materiaal, tevens in grote kolommen (60 cm diameter en 275 cm hoogte) AVI-slak en fosforslak zonder verkleinen uitgelooft met op pH = 4 gebracht demiwater in up- en down-flow stromingsrichting van de uitloogvloeistof. AVI- en fosforslak zijn ten behoeve van het Mammoet-project bij de respectievelijke leveranciers bemonsterd in een 'praktijk' deeltjesgrootte van < 40 mm. De materialen konden derhalve direct worden ingezet in het schaalvergrotingsonderzoek. Tevens is in dit onderzoek, maar dan alleen in down-flow, het uitlooggedrag van het afvalstadium van een funderingstoepassing van cement gebonden vlieg-as met als referentie cement gebonden zand in grote kolommen bestudeerd.

In het vervolg van paragraaf 2.2 zal een overzicht worden gegeven van dat deel van dit onderzoek dat expliciet betrekking heeft op het effect van verkleinen van deeltjes op het uitlooggedrag.

Met name de resultaten van dit onderzoek laten zich, zoals later zal blijken, goed vergelijken met het experimentele onderzoek zoals dat in hoofdstuk 3 is weergegeven.

2.2.2 Schaalvergroting up-flow versus standaarduitloogtest: pH-effect tengevolge van verkleinen

2.2.2.1 AVI-slak en fosforslak

Geheel in overeenstemming met de verwachting dat een effect tengevolge van verkleinen zichtbaar zal zijn, blijken de pH-waarden van de uitloogvloeistof bij de standaarduitloogtest voor AVI- en fosforslak op een hoger niveau te liggen dan de pH-waarden bij de overeenkomstige schaalvergrotingsexperimenten. Bij AVI-slak, waar dit verschil zowel bij de kolom- als de cascadetest, meer dan 2 pH-eenheden bedroeg, was dit verschijnsel het meest uitgesproken. De verklaring van de hogere pH-waarden bij de standaarduitloogtest ligt voor de hand. Immers door het verkleinen ten behoeve van deze test komen die stoffen, waaronder vooral kalk, welke verantwoordelijk zijn voor het basisch karakter van de betrokken materialen beter beschikbaar en zullen aldus voor de hogere pH-waarden van de uitloogvloeistoffen zorgen.

Bij het uitgevoerde up-flow schaalvergrotingsexperiment met fosforslak werd een opmerkelijke pH-daling van de uitloogvloeistof geconstateerd, hetgeen werd toegeschreven aan de vorming van een zure component (waarschijnlijk zwavelzuur) als gevolg van de microbiële omzetting van de in de fosforslak aanwezige sulfides. De reden, dat de oxidatie van sulfide wel optrad in het schaalvergrotingsexperiment en niet (merkbaar) bij de standaarduitloogtest is waarschijnlijk toe te schrijven aan het tijdseffect. De zuurvorming bij het schaalvergrotingsexperiment bleek namelijk op een moment (1 maand na aanvang) te starten dat de standaarduitloogtest reeds was voltooid (kolomtestduur 3 weken).

2.2.2.2 Vliegascement en zand/cement stabilisaties

Bij de vliegascement en zand/cement stabilisaties is van een verhoging van de pH in de standaarduitloogtest als gevolg van het verkleinen geen sprake geweest. Bij het schaalvergrotingsexperiment met de vliegascement stabilisatie werd juist een tegenovergesteld effect geconstateerd. De pH lag hier namelijk tot $L/S = 10$ (l/kg) gemiddeld circa 0.7 pH-eenheden hoger dan bij de standaarduitloogtest (kolomtest). In vergelijking met de uitgevoerde cascadetest tot $L/S = 60$ (l/kg) bleek dit verschil gemiddeld 0.2 pH-eenheden te bedragen. Bij de zand/cement stabilisatie bedroeg het verschil in pH tot $L/S = 10$ (l/kg) tussen het schaalvergrotingsexperiment en de standaarduitloogtest gemiddeld slechts 0.06 pH-eenheden, een verschil dat te verwaarlozen is. Ten opzichte van de cascadetest tot $L/S = 40$ (l/kg) was de gemiddelde pH bij het schaalvergrotingsexperiment 0.1 pH-eenheid lager.

De reden dat het verwachte pH-verhogingseffect tengevolge van verkleinen bij de vliegascement en zand/cement stabilisaties achterwege bleef, kan alleen worden verklaard door aan te nemen, dat vooral bij vliegascement stabilisatie de afgifte van basische stoffen, zoals kalk, bepaald is door oplosbaarheidsbeperkingen. De uitloogduur speelt in dat geval met betrekking tot de totale hoeveelheid geëmitteerde kalk een wezenlijke rol. Bij de standaarduitloogtest wordt een L/S waarde

van 10 (l/kg) namelijk na circa 21 dagen bereikt, terwijl deze waarde bij het schaalvergrotingsexperiment pas na circa 200 dagen wordt bereikt.

2.2.2.3 Conclusies – pH effect als gevolg van verkleinen

Samenvattend kan worden gesteld dat vooral bij AVI-slak en in mindere mate bij fosforslak met betrekking tot de pH een verwacht verkleiningseffect is geconstateerd, uitmondend in een duidelijk hogere pH bij de standaarduitloogtest ten opzichte van het schaalvergrotingsexperiment.

Bij de vliegascement en zand/cement stabilisaties trad, vooral bij de eerstgenoemde, door diffusielimitering bij de afgifte van basische stoffen, juist een omgekeerd effect op. Hier vertoonde de standaarduitloogtest, aan het verkleinde materiaal, een (ietwat) lagere pH in relatie tot het schaalvergrotingsexperiment.

2.2.3 Schaalvergroting up-flow versus standaarduitloogtest: de uitloging van metalen en anionen tengevolge van verkleinen

De pH is in het algemeen van grote invloed op de oplosbaarheid van metalen. De verwachting is dan ook, dat het zuurdere (minder basische) percolaat bij de schaalvergrotingsexperimenten met AVI- en fosforslak ten opzichte van dat bij de standaarduitloogtests hogere concentraties aan (zware) metalen, zoals arseen, cadmium, chroom, nikkel en tin in het percolaat zal opleveren. Vliegascement en zand/cement stabilisaties zijn in het RIVM-onderzoek niet als zodanig onderzocht.

2.2.3.1 AVI-slak

Bij AVI-slak blijken bij het schaalvergrotingsexperiment ten opzichte van de standaarduitloogtest inderdaad hogere concentraties aan arseen, chroom, nikkel en tin in het percolaat voor te komen. Voor cadmium zijn zowel bij het schaalvergrotingsexperiment up-flow als bij de standaarduitloogtest geen meetbare concentraties gevonden. De standaarduitloogtest gaf aanvankelijk een hogere concentratie aan zink in het percolaat, als gevolg van het amfotere karakter van dit element. Bij koper doet zich geen verkleiningseffect voor, daarentegen wel bij lood. Mogelijkerwijs vindt hier, analoog aan zink, de vorming plaats van plumbaten met een betere oplosbaarheid bij een pH van 12. Molybdeen tenslotte vertoonde zeker tot $L/S = 0.5$ (l/kg) een verkleiningseffect (pH-effect), waarbij de standaarduitloogtest (hogere pH) ten opzichte van het schaalvergrotingsexperiment lagere concentraties van het element in het percolaat te zien gaf. Het verkleinen bleek een duidelijk positief effect te hebben op de percolaatconcentraties aan vooral barium maar ook calcium.

2.2.3.2 Fosforslak

Bij fosforslak leidde de verkleining ten behoeve van de standaarduitloogtest vooral tot lagere SO_4 -concentraties in het percolaat, hetgeen nauw verband houdt met de eerder genoemde oxidatie van sulfide tot sulfaat bij de schaalvergroting up-flow. Voor de wat lagere Cl-concentraties bij de standaarduitloogtest kon geen verklaring worden gegeven. Voor de overige parameters konden nauwelijks conclusies met betrekking tot het effect tengevolge van verkleinen worden getrokken vanwege het feit dat meetbare concentraties veelal ontbraken.

2.2.3.3 Conclusies – uitloging van metalen en anionen als gevolg van verkleinen

Verkleining van materialen ten behoeve van het uitvoeren van de standaarduitloogtest heeft gevolgen voor de concentratieniveaus van de gangbare elementen. Bij AVI-slak is dit effect waargenomen met concentratieverlagingen voor arseen, chroom, molybdeen, nikkel en tin en hogere concentraties voor barium, calcium, lood en zink. Bij fosforslak is het effect waargenomen bij vooral SO_4 maar ook bij Cl met in beide gevallen concentratieverlagingen tengevolge van verkleinen. Bij de overige parameters kon voor wat de concentraties betreft geen vergelijking tussen standaarduitloogtest en schaalvergrotingsexperiment worden gemaakt vanwege het ontbreken van meetbare percolaatconcentraties.

Uit het bovenstaande blijkt dus, dat verkleining van materialen ten behoeve van het uitvoeren van de standaarduitloogtest niet automatisch inhoudt dat hogere concentraties van elementen in de uitloogvloeistof worden verkregen. Integendeel, het concentratieverlagende effect door de verhoging van de pH tengevolge van de verkleining heeft vaak een groter effect dan het concentratieverhogende effect van de oppervlaktevergroting van het materiaal.

2.3 Invloed van deeltjesgrootteverdeling van reststoffen en reststofprodukten op het uitlooggedrag van hoofd- en spoorelementen

2.3.1 Inleiding

In het kader van het Nationaal Onderzoekprogramma Kolen (NOK) is onderzoek uitgevoerd naar de onderbouwing van de in SOSUV-verband ontwikkelde uitloogtest voor reststoffen en reststofprodukten (NVN 2508). De aanleiding voor dit onderzoek kan worden gevonden in de oorsprong van de standaarduitloogtest. Deze is ontwikkeld voor de meting van het uitlooggedrag van verbrandingsresiduen, zoals poederkoolvliegias. Bij de ontwikkeling van de tests die deel uitmaken van de standaarduitloogtest is een aantal keuzes gedaan die zijn gebaseerd op verbrandingsresiduen als te onderzoeken materiaal. Toepassing van de standaarduitloogtest in een breder kader, dus op andere stoffen dan ver-

brandingsresiduen, kan van invloed zijn op deze keuzes. Om vast te kunnen stellen, waar eventuele aanpassingen noodzakelijk zijn, is dit in het vervolg van paragraaf 2.3 besproken onderzoek uitgevoerd.

De doelstelling van het in dit kader uitgevoerde project was tweeledig:

- optimalisatie van de standaarduitloogtest van verbrandingsresiduen, zoals in NVN 2508 omschreven.
- de beschikbare gegevens betreffende een standaarduitloogtest voor gerede produkten nader uitwerken, zodat ook deze kan worden genormaliseerd.

Het totale onderzoek viel in een aantal onderwerpen onder te verdelen, waarbij ondermeer het voor deze literatuurinventarisatie van belang zijnde deel ‘De invloed van deeltjesgrootteverdeling van reststoffen en reststofprodukten op het uitlooggedrag van hoofd- en spoorelementen’ [2]. Dit aspect is in een tweetal projecten onderzocht door TNO-Apeldoorn en TAUW Infra Consult B.V. te Deventer. Een overzicht van de in deze onderzoeken behaalde resultaten is in de paragrafen 2.3.2 en 2.3.3 weergegeven.

2.3.2 Invloed van deeltjesgrootte op het uitlooggedrag van vliegas/cement prisma's en fosforslak

2.3.2.1 Inleiding

Om na te gaan in hoeverre de deeltjesgrootte van de reststoffen en reststofprodukten van invloed is op het uitlooggedrag van hoofd- en spoorelementen heeft TNO-Apeldoorn dit onderzoek, waarin van verschillende deeltjesgroottefracties van verkleinde vliegas/cement prisma's en fosforslak het uitlooggedrag is bepaald, uitgevoerd. Ten aanzien van dit geïnventariseerde onderzoek dient te worden opgemerkt dat een andere doelstelling werd nagestreefd dan de doelstelling van onderhavig onderzoek ‘De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen’, waarvan het experimentele deel in hoofdstuk 3 is uitgewerkt. Een vergelijking van de onderzoeksresultaten zou dan ook tot een verkeerd beeld kunnen leiden.

De resultaten van dit geïnventariseerde onderzoek dienden te leiden tot de keuze van een maximale deeltjesgrootte voor reststoffen en reststofprodukten welke opgenomen zou moeten worden in de omschrijving van de standaarduitloogtest en de in voorbereiding zijnde uitloogtest voor reststofprodukten. Er is in dit onderzoek gekozen voor fosforslak als reststof en voor vliegas/cement prisma als reststofprodukt. Beide materialen onderscheiden zich van elkaar door de wijze waarop zij zijn gevormd. Zo is fosforslak een stolsel van homogene massa, terwijl de vliegas/cement prisma's zijn samengesteld uit fijnkorrelig, koudgebonden materiaal. De porositeit van de vliegas/cement prisma's is, ook na verkleining, vele malen groter dan die van fosforslak. Naar verwachting is de invloed van verkleinen bij fosforslak dan ook veel groter.

2.3.2.2 Opzet en uitvoering onderzoek

Zowel de fosforslak als de vliegas/cement prisma's zijn gebroken in een Retsch kaakbreker, type BB2, totdat alle deeltjes kleiner waren dan 30 mm, waarna de verkleinde monsters zijn verdeeld en verder verwerkt. Ter bepaling van de invloed van de deeltjesgrootte op het uitlooggedrag zijn de beschikbaarheidstest en een enkelvoudige schudtest bij $L/S = 5$ (l/kg) uitgevoerd. Beide tests zijn uitgevoerd op tot < 0.150 mm verkleinde (zeef)fracties uit respectievelijk de deeltjesgrootteklassen 0-0.125 mm; 0.125-0.5 mm; 0.5-1 mm; 1-4 mm en > 4 mm. Het uitloogonderzoek is volgens SOSUV-voorschrift uitgevoerd.

Zowel de vaste stof monsters als de uitloogvloeistoffen zijn geanalyseerd op de elementen calcium, magnesium, natrium, cadmium, lood, arseen, seleen, molybdeen en vanadium.

2.3.2.3 Resultaten onderzoek

Invloed deeltjesgroottefractie op vaste stof concentratie

Voor beide onderzochte materialen zijn per deeltjesgroottefractie voor een aantal elementen uiteenlopende concentraties gemeten. Bij de **vliegas/cement prisma's** is voor met name de elementen cadmium en calcium (fractie 0.125-0.5 mm) en in mindere mate arseen en seleen een gradiënt waarneembaar. Als een zeeffractie van verkleinde prisma's inhomogeniteiten vertoont is dit naar alle waarschijnlijkheid te wijten aan een afwijkende verhouding van vliegas en cement in die zeeffractie. Zo duiden de resultaten van de analyses erop dat de fractie 0.125-0.5 mm waarschijnlijk een relatief laag gehalte aan cement bevatte, als gevolg waarvan het calciumgehalte lager en het cadmiumgehalte hoger was dan gemiddeld.

Bij **fosforslak** werd voor de elementen arseen en lood een concentratiegradiënt gemeten. De oorzaak hiervoor was niet duidelijk, maar naar verwachting heeft dit te maken gehad met de ontstaanswijze van de slak.

Invloed deeltjesgroottefractie op uitlooggedrag

Beschikbaarheidstest

De resultaten van de beschikbaarheidstests op de verkleinde deeltjesgroottefracties van zowel de vliegas/cement prisma's als de fosforslak bleken weinig afhankelijk te zijn van de zeeffractie waarop de test werd uitgevoerd. De gemeten verschillen vielen over het algemeen binnen de foutenmarge van de test. Afhankelijk van de concentratie van het betreffende element in de uitloogvloeistof is een reproduceerbaarheid van 10-20% haalbaar. De verkleining tot < 0.150 mm speelt een relatief onbelangrijke rol, waarschijnlijk door het constante pH-milieu dat tijdens de beschikbaarheidstest door toevoeging van salpeterzuur van buiten af wordt opgelegd.

Schudtest bij $L/S = 5$ (l/kg)

Bij de schudtest bij $L/S = 5$ (l/kg) zijn wel grote verschillen in uitlooggedrag geconstateerd die worden veroorzaakt door de verschillen in deeltjesgrootte tussen de zee fracties. De pH en de geleidbaarheid (maat voor de ionsterkte) spelen hierbij een belangrijke rol.

Bij de **vliegascement prisma's** zijn voor molybdeen en in mindere mate voor magnesium, calcium en vanadium verschillen gevonden (pH-effect). Meestal kan bij grondstoffen van de aard zoals in de vliegascement prisma's verwerkt, het pH-verloop goed worden gecorreleerd met de uitloging van calcium. In dit geval kan echter geen verband worden gelegd, hetgeen erop duidt dat mogelijk de sulfaatuitloging (CaSO_4) uit de grovere fracties is verhoogd ten opzichte van het gemiddelde. Zekerheid omtrent deze veronderstelling zou echter alleen kunnen worden verkregen indien de extracten op sulfaat zouden zijn geanalyseerd.

Bij **fosforslak** is de uitloging van de elementen calcium en natrium afhankelijk van de deeltjesgrootte gebleken, terwijl ook een duidelijke afname van de pH bij toenemende deeltjesgrootte van de oorspronkelijke zee fractie is te constateren.

2.3.2.4 Conclusies en aanbevelingen

Uit dit onderzoek kan worden afgeleid dat de deeltjesgrootte van invloed kan zijn op het uitlooggedrag zoals dat met uitloogtests, volgens NVN 2508, wordt bepaald. Het gaat hierbij vooral om die uitloogtests waarbij het materiaal zelf de samenstelling van de contactvloeistof bepaalt. Bij tests waarbij van buiten af een conditie wordt opgelegd (beschikbaarheidstest) zijn de verschillen acceptabel. Naar aanleiding van dit onderzoek wordt dan ook aanbevolen om de maximale deeltjesgrootte voor de **beschikbaarheidstest** ongewijzigd te laten op 0.125 mm. Het voordeel van een dergelijk lage maximale deeltjesgrootte is bovendien dat het resultaat van de test minder wordt beïnvloed door een trage diffusie van sommige elementen uit het materiaal, hetgeen op zich de reproduceerbaarheid van de test in belangrijke mate bevordert. Bij het hanteren van het begrip 'beschikbaarheid' wordt immers verondersteld dat een maximale hoeveelheid wordt bepaald, die op zeer lange termijn kan worden uitgeloozd.

In tegenstelling tot de beschikbaarheidstest kan op basis van de resultaten van dit onderzoek over de keuze van de maximale deeltjesgrootte voor uitloogtests, die het tijdseffect van de uitloging moeten voorspellen (**kolomtest, cascadetest en enkelvoudige schudtest bij lage L/S -verhouding**) geen uitspraak worden gedaan. Duidelijk is echter wel dat de maximale deeltjesgrootte zelf, maar ook de wijze waarop deze grootte wordt bereikt, van invloed kan zijn op het resultaat van de uitloogtest. Een verantwoorde keuze van de maximale deeltjesgrootte wordt bovendien bemoeilijkt doordat de uitloging, zoals verwacht, niet altijd toeneemt bij afnemende deeltjesgrootte. Dan namelijk zou bij het vaststellen van een kleinere deeltjesgrootte altijd een hogere uitloging worden gemeten en wordt een soort 'worst case' situatie verkregen.

Door de onderzoekers [2] wordt aanbevolen te komen tot de keuze van een maximale deeltjesgrootte die de mogelijkheid openlaat om het materiaal te onderzoeken zoals het in praktijksituaties wordt toegepast en/of opgeslagen. Daarnaast dient de deeltjesgrootte van het te onderzoeken materiaal dusdanig te zijn dat een

representatief deelmonster kan worden genomen. Bij de kolomtest kan dit echter wel een bezwaar opleveren door de gehanteerde kolomdiameter van 50 mm. Om randeffecten bij de kolomuitloging te voorkomen mogen de deeltjes in de kolom niet groter zijn dan 3-5 mm. Indien van verkleining van materiaal met grotere deeltjes mag worden verwacht dat de resultaten van de kolomtest worden beïnvloed, kan uitvoering van de test in een kolom met grotere diameter worden overwogen.

2.3.3 Relatie korrelgrootte en uitlooggedrag AVI-slakken

2.3.3.1 Inleiding

De voorschriften van de standaarduitloogtest (NVN 2508) zijn zodanig dat in bepaalde gevallen reststoffen verkleind moeten worden tot een deeltjesgrootte < 3 mm. In andere gevallen kan worden volstaan met het afzeven van de fractie < 3 mm. De wijze van verkleining c.q. de resulterende deeltjesgrootteverdeling kan van invloed zijn op het uitlooggedrag. Het is daarom wellicht van belang om eisen omtrent de deeltjesgrootteverdeling in de voorschriften van de standaarduitloogtest op te nemen. Een andere vraag is in hoeverre het uitlooggedrag van het verkleinde materiaal of van een bepaalde zeeffractie representatief is voor het uitlooggedrag van het uitgangsmateriaal. Dergelijke vragen zijn in het bijzonder relevant bij het onderzoek van inhomogene reststoffen, zoals vuilverbrandingsslakken (AVI-slakken). In de, tijdens dit onderzoek geldende, richtlijn voor toepassing van AVI-slakken is voorgeschreven dat het materiaal > 3 mm verkleind moet worden tot < 3 mm. Het mengsel wordt vervolgens onderworpen aan de cascadetest. Ten einde inzicht te verkrijgen in de betekenis van de deeltjesgrootteverdeling voor het uitlooggedrag, is onderzoek verricht met AVI-slakken als zodanig, verschillende zeeffracties en materiaal dat is voorbehandeld volgens bovengenoemde richtlijn. In alle gevallen is de samenstelling, de maximale uitloogbaarheid en de uitloogbaarheid bij een schudtest $L/S = 5$ (l/kg) bepaald in een door TAUW Infra Consult B.V. uitgevoerd onderzoek.

Met name de resultaten van de tests met de AVI-slakken als zodanig en de tot < 3 mm verkleinde AVI-slakken kunnen als vergelijking dienen voor de resultaten van het in het kader van dit project uitgevoerde onderzoek (hoofdstuk 3). Het onderzoek met de verschillende zeeffracties van AVI-slak is in dit verband niet geschikt voor vergelijking.

2.3.3.2 Opzet en uitvoering onderzoek

Van de te onderzoeken AVI-slakken is de fractie > 40 mm afgezeefd, terwijl het materiaal tegelijkertijd is ontijzerd met behulp van elektromagneten. Het onderzoek had betrekking op de volgende fracties van de AVI-slakken:

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

- 0 - 31.5 mm; deze fractie was vrijwel identiek aan het uitgangsmateriaal daar het aandeel van de fractie 31.5-40 mm minimaal was;
- 0 - 31.5 mm/AVI-richtlijn (d.d. 16-6-1986); dat wil zeggen fractie < 3 mm afzeven, fractie > 3 mm verkleinen met de kruisslagmolen tot < 3 mm, gevolgd door menging van beide fracties;
- 0 - 3.0 mm;
- 4.0 - 31.5 mm;
- 1.0 - 4.0 mm;
- 0.5 - 1.0 mm;
- 0.125 - 0.5 mm;
- < 0.125 mm.

Voor het onderzoek naar de samenstelling van de AVI-slakken zijn monsters van de zeeffracties met behulp van een schijventrilmolen verkleind tot < 0.150 mm. Het materiaal van de fracties 0-31.5 mm, 4-31.5 mm en 0-31.5 mm/AVI-richtlijn was tevoren met een kruisslagmolen verkleind tot < 3 mm.

De maximale uitloogbaarheid is bepaald conform ontwerp NVN 2508; hierbij is uitgegaan van de, ten behoeve van het samenstellingsonderzoek, op < 0.150 mm gemalen monsters van bovenstaande zeeffracties.

Bij het samenstellings- en het uitloogonderzoek is geanalyseerd op de elementen calcium, magnesium, natrium, koper, molybdeen, lood en zink. De bepalingen zijn uitgevoerd met ICP.

2.3.3.3 Resultaten

Invloed deeltjesgrootte op vaste stof concentratie

De gewichtspercentages van de zeeffracties van de AVI-slakken waren als volgt:

Tabel 2.1 Gewichtspercentages zeeffracties AVI-slakken

Fractie (mm)	m/m% (d.s.)
< 0.125	9.4
0.125 - 0.5	12.8
0.5 - 1.0	7.8
1.0 - 4.0	20.0
4.0 - 31.5	50.0

Uit zowel visuele waarnemingen als uitgevoerde chemische analyses bleek de aard van het materiaal per zeeffractie verschillend te zijn, hetgeen betekende dat bij een vergelijking van de zeeffracties het verschil in korreldiameter niet de enige variabele was. Dit duidde op de inhomogeniteit van het uitgangsmateriaal.

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

Uit het samenstellingsonderzoek bleek het verloop van het metaalgehalte als functie van de korreldiameter per element te variëren, namelijk:

- voor natrium werd een toename van het gehalte gevonden bij een toename van de (oorspronkelijke) korrelgrootte (maximum in grof materiaal), hetgeen vermoedelijk het gevolg is van de aanwezigheid van hogere glasgehalten;
- voor calcium, molybdeen en zink werd een afname van het gehalte gevonden bij een toename van de (oorspronkelijke) korrelgrootte (maximum in de fijnste fractie);
- voor magnesium, koper en lood werd een min of meer parabolisch verloop geconstateerd, met een maximum gehalte in de fractie 1-4 mm.

De reproduceerbaarheid van de bepalingen van de macro-elementen (calcium, magnesium en natrium) en lood bleek steeds minder dan 10% van het gemiddelde af te wijken. Voor zink is de standaardafwijking van de fracties < 3 mm maximaal 10% van het gemiddelde, voor de overige fracties worden waarden van 20-35% gevonden. De steekproefstandaardafwijking van molybdeen varieert onafhankelijk van de (oorspronkelijke) deeltjesgrootte van de fracties tussen 0 en 44%. De relatief lage gehalten van molybdeen zullen een rol spelen bij de soms grote spreiding. De steekproefstandaardafwijking van de kopergehalten is vrijwel steeds hoog. Met uitzondering van de fracties < 0.125 mm en 0-31.5 mm/AVI-richtlijn liggen de waarden in een range van 14-61% van het gemiddelde.

De hoge spreiding bij een aantal koper- en zinkbepalingen kunnen waarschijnlijk worden verklaard door de aanwezigheid van metallische deeltjes in de monsters, die ondanks het verkleinen tot < 0.150 mm inhomogeen verdeeld blijven in de monsters. Hiermee kan ook worden verklaard dat een relatief hard metaal als koper de hoogste spreiding vertoont en een relatief zacht metaal als lood de laagste. Lood is namelijk niet alleen gemakkelijker fijn te malen, maar zal ook tijdens het verbrandingsproces, als gevolg van het lage smeltpunt, al meer gehomogeniseerd worden dan koper.

Invloed deeltjesgrootte op uitlooggedrag

Beschikbaarheidstest

De beschikbaarheid voor uitloging van de te onderzoeken fracties is onderzocht door uitvoering van de beschikbaarheidstest conform ontwerp-NVN 2508. Uit de resultaten kan worden afgeleid dat de uitloogpercentages van de diverse metalen van de monsters 0-31.5 mm en 0-31.5 mm/AVI-richtlijn redelijk overeen komen. Evenals bij het samenstellingsonderzoek kan worden geconcludeerd dat het materiaal goed is gehomogeniseerd. Dit geldt, eveneens analoog aan het samenstellingsonderzoek, in mindere mate voor lood.

Voor wat betreft de verschillende zeeffracties geldt dat in het onderzoek de uitloogpercentages van de geanalyseerde metalen zijn vergeleken met de oorspronkelijke deeltjesgrootte. Geconstateerd kan worden dat de uitloogpercentages veelal toenemen naarmate de (oorspronkelijke) deeltjesgrootte kleiner is. Aangezien alle zeeffracties qua pH en korrelgrootte onder identieke omstandigheden zijn uitgelooft, wordt geconcludeerd dat de vorm, waarin de elementen in de AVI-slak aanwezig zijn, per fractie verschillend is. Indien uitsluitend het fijne materiaal onderzocht zou worden (bijvoorbeeld de zeeffractie 0-3 mm) zou de maximale uitloogbaarheid van veel elementen worden overschat.

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

Bij de beschikbaarheidstests is een over het algemeen redelijk tot goede reproduceerbaarheid gebleken. Voor de in triplo uitgevoerde bepalingen geldt dat in totaal 80% een standaardafwijking had van < 20% van de gemiddelde concentratie. Hogere afwijkingen zijn met name gevonden voor het element lood.

Schudtest bij $L/S = 5$ (l/kg)

De schudtest is uitgevoerd conform BEOP-25, paragraaf 6.7. De uitloogconcentraties van de verschillende geanalyseerde metalen van het op 3 mm verkleinde materiaal (richtlijn) blijken uitgezonderd magnesium niet significant te verschillen van het onverkleinde materiaal. Hieruit volgt dat het verkleinen van het grove materiaal (> 3 mm) geen consequenties heeft voor het uitlooggedrag van de onderzochte elementen.

Bij de schudtests is de afname van het uitloogpercentage met toenemende deeltjesgrootte nog duidelijker waarneembaar dan bij de beschikbaarheidstest. De standaardafwijking voor de veelal in triplo uitgevoerde bepalingen bleek voor 90% beneden 20% van het gemiddelde te liggen.

Gebleken is dat de uitloogbare fracties van metalen met name in de fijnere deeltjesgroottefracties zijn gelokaliseerd. Het onderzoek van de zeeffractie 0-3 mm zou daarom tot een overschatting van de uitloging van het materiaal als zodanig leiden. De zeeffracties zijn qua niveau van de uitloogconcentraties in drie groepen te verdelen:

- 4.0 - 31.5 mm;
- 0.125 - 4.0 mm;
- < 0.125 mm.

De verschillen tussen de drie fracties in de range 0.125-4.0 mm zijn relatief klein.

Magnesium vormt een uitzondering in de trend dat de uitloogconcentraties toenemen naarmate de korreldiameter kleiner wordt. Voor dit element wordt de maximale concentratie juist in de grofste fractie gevonden. De lagere pH bij de uitloging van het grove materiaal is waarschijnlijk de verklaring voor dit verloop.

In tegenstelling tot de uitloogconcentraties blijken de uitloogpercentages van de fracties 0-31.5 mm en 0-31.5 mm/richtlijn voor een aantal metalen te verschillen; met uitzondering van lood worden echter kleine verschillen geconstateerd. Geconcludeerd wordt dat de uitloogbaarheid van lood toeneemt als gevolg van verkleinen. Hoewel in het TAUW-rapport geen verklaring wordt gegeven voor de geconstateerde verschillen tussen uitloogconcentraties en uitloogpercentages, kan deze worden gegeven op grond van de verschillen in samenstelling van de voor het onderzoek gebruikte AVI-slakken.

Wanneer de uitloogpercentages van de op 3 mm verkleinde slak (richtlijn) worden vergeleken met de op 3 mm afgezeefde slak, blijkt opnieuw dat het fijnere materiaal sterker uitloogt. Voor lood geldt echter het omgekeerde, het verkleinde grove materiaal loogt relatief sterker uit dan het afgezeefde materiaal.

Wanneer de uitloogpercentages van de verschillende zeeffracties worden vergeleken, blijkt met uitzondering van magnesium en molybdeen (in beide gevallen als gevolg van een pH-effect) de uitloogbaarheid negatief te zijn gecorreleerd met de deeltjesgrootte.

2.3.3.4 Conclusies en aanbevelingen

Uit zowel de visuele waarnemingen als de chemische analyses is gebleken dat de aard van het materiaal per zeeffractie verschilt.

Voor de beschikbaarheidstests is steeds uitgegaan van tot < 0.150 mm verkleinde monsters. Hoewel bij deze tests de verschillen in deeltjesgrootte dus niet of nauwelijks een rol spelen zijn de uitloogpercentages van de metalen van de onderzochte zeeffracties duidelijk verschillend. De uitloogpercentages nemen vrijwel allemaal af als de oorspronkelijke korreldiameter van de zeeffracties toeneemt. Ten aanzien van de schudtests kan worden gesteld dat de afname van het uitloogpercentage met de korreldiameter nog duidelijker was dan bij de totale beschikbaarheidstest.

Voor zowel de totale beschikbaarheidstest als de schudproef bij $L/S = 5$ (l/kg) geldt dat de uitloogbare fractie in hoofdzaak is gelokaliseerd in de zeeffracties met een deeltjesgrootte van < 4 mm. Voor wat betreft de beschikbaarheidstest is hier sprake van de oorspronkelijke deeltjesgrootte, de verschillende fracties zijn immers verkleind tot < 0.150 mm.

De uitloogbaarheid van de fractie 4-31.5 mm (op gewichtsbasis circa 50% van het oorspronkelijke materiaal) is gering, iets dat nauwelijks beïnvloed wordt door het verkleinen van het materiaal tot < 3 mm. In vergelijking met het materiaal als zodanig, wordt bij de schudtest $L/S = 5$ (l/kg) met verkleind materiaal alleen voor lood een verhoging van het uitloogpercentage (met circa 100%) gevonden.

Op grond van het uitgevoerde onderzoek concludeert TAUW Infra Consult B.V. dat het verkleinen van de onderzochte AVI-slakken tot < 3 mm (volgens NVN 2508), het uitlooggedrag van de onderzochte elementen, met uitzondering van lood, niet in belangrijke mate beïnvloedt. Aanbevolen wordt dan ook om deze voorbehandelingsmethode te handhaven, aangezien het verkleinen belangrijke proeftechnische voordelen biedt. Als kanttekening wordt hierbij opgemerkt dat de effecten per materiaal kunnen verschillen, zodat bovenstaande aanbeveling op grond van dit onderzoek alleen voor AVI-slak kan worden gedaan.

3 Experimenteel onderzoek

3.1 Inleiding

Zoals uit hoofdstuk 2 blijkt, is er in het verleden al enig onderzoek uitgevoerd naar de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag. In dit aanvullende experimentele onderzoek zal de invloed die deeltjesverkleining op zich en het gebruik van verschillende verkleiningsmethoden c.q. -apparaten hebben op het uitlooggedrag van reststoffen en reststofprodukten worden vastgesteld. In het onderzoek is een tweetal onderdelen te onderscheiden:

Onderdeel 1

In het eerste onderdeel van het onderzoek is het effect van verkleinen tot < 4 mm op het uitlooggedrag onderzocht; 4 mm is de (huidige) maximale deeltjesgrootte voor uitvoering van de kolom- en cascadetest (ontwerp NEN-7343, [5]). Voor de uitvoering van dit onderdeel is gebruik gemaakt van een tweetal testmaterialen, te weten fosforslak en lytag (kunstgrind).

Onderdeel 2

In het tweede onderdeel van het onderzoek is het effect van verkleinen tot $< 125 \mu\text{m}$ op het uitlooggedrag onderzocht; $125 \mu\text{m}$ is de maximale deeltjesgrootte voor uitvoering van de beschikbaarheidstest (ontwerp NEN 7341, [3]). Voor de uitvoering van dit onderdeel is gebruik gemaakt van de in onderdeel 1 tot < 4 mm verkleinde fosforslak.

De onderdelen 1 en 2 zijn elk nog als volgt in een fase I en II onder te verdelen: In fase I is het effect van de methode van verkleinen op de deeltjesgrootteverdeling onderzocht, terwijl in fase II het effect op de uitloging is onderzocht.

Fosforslak is in dit onderzoek als testmateriaal gekozen, omdat het naast grof ook fijn materiaal bevat, terwijl daarnaast als voordeel geldt dat de te verkrijgen resultaten te vergelijken zijn met eerder uitgevoerd onderzoek (hoofdstuk 2). Lytag is in dit onderzoek als testmateriaal gekozen, omdat het geen (zeer) fijne deeltjes bevat en omdat het hoogst waarschijnlijk een moeilijk(er) uitloogbare oppervlaktelaag heeft.

3.2 Effect van verkleinen tot < 4 mm op het uitlooggedrag van fosforslak en lytag

3.2.1 Inleiding

Zoals in 3.1 reeds gesteld, is ten aanzien van het verkleinen tot < 4 mm in fase I van onderdeel 1 vooral het effect van de methode van verkleinen op zowel fosforslak als lytag onderzocht.

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

De significantie van dit effect werd onderzocht door de volgende drie materiaalsoorten met elkaar te vergelijken:

- onverkleind materiaal;
- materiaal dat in zijn totaliteit is verkleind tot < 4 mm;
- materiaal dat eerst op 4 mm is afgezeefd, waarna de aldus resterende fractie > 4 mm is verkleind tot < 4 mm.

Voor beide verkleinprocedures geldt dat de verkleining is uitgevoerd met behulp van een bekkenbreker.

In fase I werd de deeltjesgrootteverdeling van deze drie materiaalsoorten vergeleken. De deeltjesgrootteverdeling werd bepaald door middel van droog zeven (vanaf ongeveer 100 μm), gecombineerd met de Malvern-laser-techniek (tot 125 μm).

In fase II van het onderzoek zijn de drie materiaalsoorten onderworpen aan de standaard kolomuitloogtest. De verkleinde materialen zijn getest in de standaardkolom met een binnendiameter van 5 cm en een hoogte van 20 cm; het niet-verkleinde uitgangsmateriaal is getest in een kolom van 19 cm binnendiameter en 80 cm hoogte.

In NVN 2508 stond beschreven dat de kolom voor de standaarduitloogtest een binnendiameter van 5 cm en een hoogte van 20 cm dient te hebben. Van deze middellijn kan worden afgeweken, mits deze minimaal 10 maal zo groot is als de deeltjesmiddellijn van de grootste deeltjes. De hoogte van de kolom dient ten minste 4 maal de binnenmiddellijn te bedragen.

Ten aanzien van de in dit onderzoek uitgevoerde kolomtests op het verkleinde en het onverkleinde lytag, in respectievelijk de kleine en de grote kolom, is aan deze voorwaarden, die overigens in ontwerp NEN 7343 niet meer worden genoemd, voldaan. Hetzelfde kan worden gesteld voor de test met de verkleinde fosforslak (kleine kolom), echter niet voor de test met de onverkleinde fosforslak in de grote kolom. De maximale deeltjesgrootte van de onverkleinde fosforslak, 40 mm, is zodanig dat de verhouding tussen kolommiddellijn en deeltjesgroottemiddellijn slechts 5 was in plaats van minimaal 10. Dit laatste kan op voorhand worden aangewezen als een mogelijke oorzaak voor eventuele afwijkingen tussen de uitloogresultaten van de kolomtest op de verkleinde en de onverkleinde fosforslak. Doordat de tests in up-flow stromingsrichting van de uitloogvloeistof zijn uitgevoerd, zal deze afwijking in de praktijk meevallen.

In het uitloogonderzoek zijn de analyses uitgevoerd door de uitloogvloeistoffen met behulp van Atomaire Absorptie Spectrometrie (AAS), zie ook bijlage 1, te analyseren op een vijftal 'gidselementen' voor de betreffende materialen (zie paragraaf 3.2.4).

3.2.2 Uitvoering verdeling en verkleining fosforslak en lytag

Ten behoeve van dit onderdeel van het onderzoek werden de beide testmaterialen, fosforslak en lytag, in onverkleinde vorm door de Materialen Bank Nederland aangeleverd. Beide partijen dienden eerst te worden verdeeld in een aantal submonsters. Hiertoe werd gebruik gemaakt van een roterende asymmetrische zesvakverdeler met daarin tweemaal drie vakken met verhoudingen van 1/12, 2/12 en 3/12 deel van de gehele verdeler. Daar de capaciteit van deze verdeler te klein was om de gehele partij in één keer te verdelen is deze procedure in verscheidene stappen uitgevoerd.

Drie van de na verdelen verkregen materiaalfracties (A, B en D) zijn in dit onderdeel verder niet gebruikt. Fractie C werd eerst gezeefd met een zeef van 4 mm. Het materiaal > 4 mm werd vervolgens met behulp van een bekkenbreker van de firma Retsch B.V., type BB 1, gebroken tot < 4 mm. De verkleinprocedure werd gecontroleerd met behulp van een 4 mm schudzeef. Na verkleinen werden de reeds afgezeefde fractie en de aldus verkleinde fractie samengevoegd. Fractie E werd in zijn geheel met dezelfde bekkenbreker verkleind tot < 4 mm. Ook hier werd de verkleinprocedure met een 4 mm schudzeef gecontroleerd. Zowel fractie C als fractie E werd vervolgens nog een aantal malen verdeeld. Het toegepaste verdeelschema is weergegeven in bijlage 3.

De uit bovenstaande verdeel-/verkleinprocedures ontstane fracties fosforslak en lytag werden, in de hierna te beschrijven onderzoeksfasen, toegepast.

3.2.3 Deeltjesgrootteverdeling fosforslak en lytag

Eén monster fosforslak en één monster lytag is gebruikt voor de bepaling van de deeltjesgrootteverdeling. Hiertoe werd het monster gewogen en in twee stappen gezeefd op een schudzeefmachine (RO-TAP Testing Sieve Shaker, W.S.Tyler Inc., Ohio). De gebruikte zeven, volgens NEN 2560, in de eerste stap waren:

- 4.0 mm;
- 2.8 mm;
- 2.0 mm;
- 1.4 mm;
- 1.0 mm.

In de tweede zeefstap werden de volgende zeven toegepast:

- 0.71 mm;
- 0.50 mm;
- 0.355 mm;
- 0.25 mm;
- 0.18 mm;
- 0.125 mm.

Daarnaast is van de onverkleinde materialen fosforslak en lytag een deeltjesgrootteverdeling gemaakt. Hiertoe is eerst met behulp van een schudzeefmachine met verschillende zeefdekken (40 en 30 mm) gezeefd. Het materiaal kleiner < 30 mm is vervolgens in een aantal stappen gezeefd met de volgende zeven:

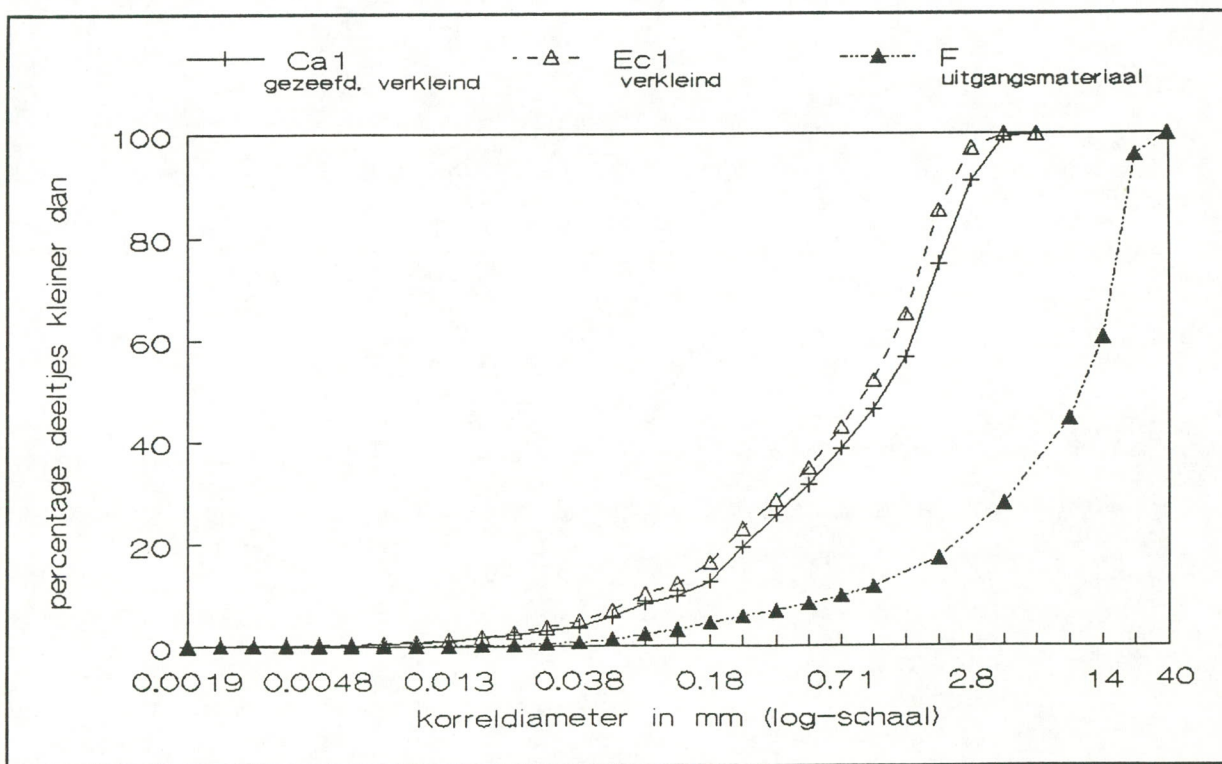
- 14 mm;
- 8 mm;
- 4 mm;
- 2.8 mm;
- 1 mm;
- 0.71 mm;
- 0.5 mm;
- 0.355 mm;
- 0.25 mm;
- 0.1 mm;
- 0.125 mm.

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

Al het monstermateriaal kleiner dan 0.125 mm is opgevangen en met behulp van een roterende monsterverdeler verdeeld, zodanig dat er 8 monsters van circa 1 gram ontstonden. Vier van deze monsters zijn met behulp van de Malvern-lasertechniek geanalyseerd op het voorkomen van deeltjes in het groottegebied 1.9-87.8 μm . De resultaten van deze analyses zijn betrokken op het totaalgewicht van de fractie kleiner dan 125 μm zodat een volledige deeltjesgrootteverdeling van 1.9 μm tot 40 mm kon worden bepaald.

In figuur 3.1 is de deeltjesgrootteverdeling van de drie materiaalmonsters **fosfor-slak** weergegeven; bij deze figuur dient te worden opgemerkt dat:

- **Ca1** een materiaalmonster is afkomstig van de procedure: afzeven op 4 mm gevolgd door verkleinen tot < 4 mm van de fractie > 4 mm;
- **Ec1** een materiaalmonster is afkomstig van de procedure: totale verkleining tot < 4 mm;
- **F** een monster is van het uitgangsmateriaal.

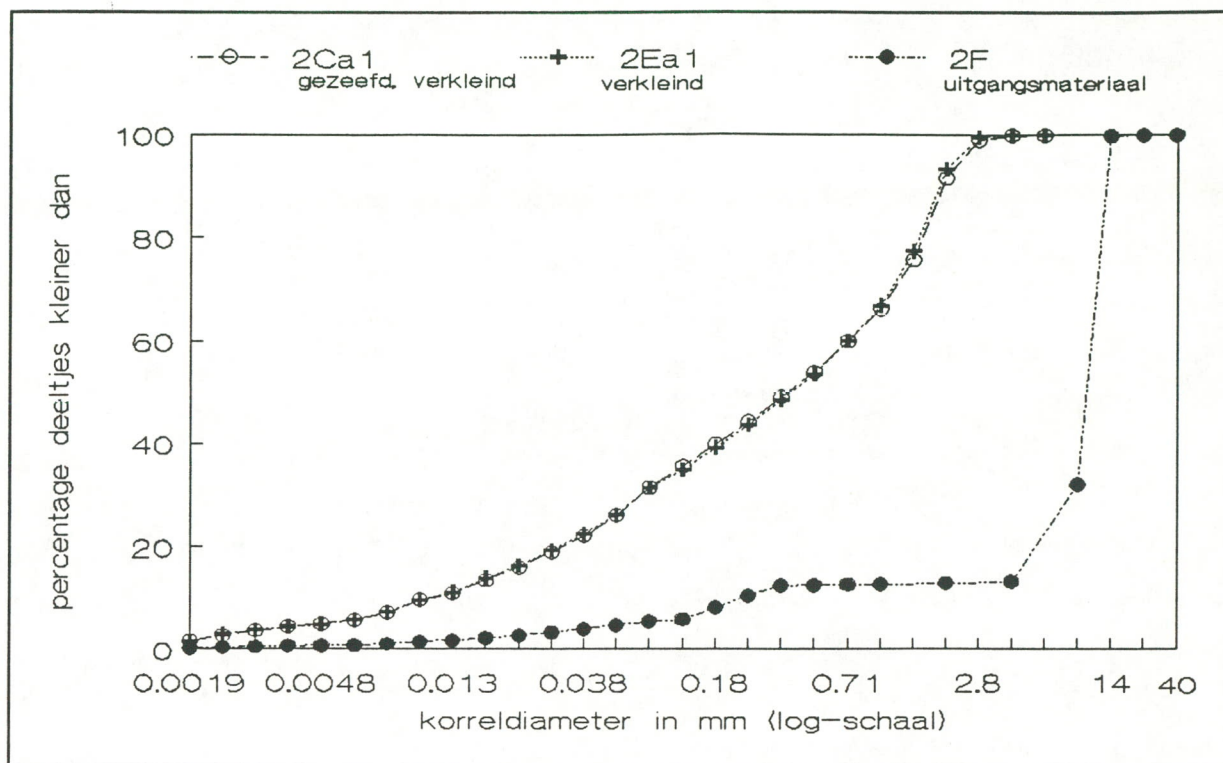


Figuur 3.1 Deeltjesgrootteverdelingen fosfor-slak

In figuur 3.2 is de deeltjesgrootteverdeling van de drie materiaalmonsters **lytag** weergegeven; bij deze figuur dient te worden opgemerkt dat:

- **2Ca1** een materiaalmonster is afkomstig van de procedure: afzeven op 4 mm gevolgd door verkleinen tot < 4 mm van de fractie > 4 mm;
- **2Ea1** een materiaalmonster is afkomstig van de procedure: totale verkleining tot < 4 mm;
- **2F** een monster is van het uitgangsmateriaal.

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen



Figuur 3.2 Deeltjesgrootteverdelingen lytag

Conclusies deeltjesgrootteverdelingen

Uit de resultaten van de bepalingen van de deeltjesgrootteverdelingen, zoals deze in de figuren 3.1 voor fosforslak en 3.2 voor lytag zijn weergegeven, valt te concluderen dat er zeker voor lytag en in mindere mate voor fosforslak niet of nauwelijks verschil is in deeltjesgrootteverdeling afhankelijk van de methode van verkleining. Voor fosforslak geldt dat het maximale verschil in 'percentage deeltjes kleiner dan' (uitgezet langs de verticale as) maximaal 10% bedraagt voor een deeltjesgrootte van 2 mm.

Gesteld kan worden dat op basis van dit onderzoek op fosforslak en lytag is aangetoond dat de methode van verkleinen tot < 4 mm (ten behoeve van de kolommen cascadetest) niet significant is. Een vergelijking tussen het verkleinde fosforslak en lytag leert dat het laatste materiaal na verkleinen een hoger percentage fijn materiaal bevat.

Zoals ook uit de figuren blijkt, bevatten beide onverkleinde monsters fosforslak en lytag (uiteraard) een hoger percentage grof materiaal in vergelijking met de verkleinde monsters.

3.2.4 Uitlooggedrag fosforlak en lytag (kolomtest)

Ten einde het uitlooggedrag van de in totaal 6 (verkleinde en onverkleinde) monsters te kunnen bepalen zijn deze onderworpen aan de standaardkolomtest.

Hiervoor zijn van **fosforslak** de volgende fracties gebruikt:

- **C**, een materiaalmonster afkomstig van zeven op 4 mm gevolgd door verkleinen van de fractie > 4 mm tot < 4 mm;
- **E**, een materiaalmonster afkomstig van het in zijn totaliteit verkleinen tot < 4 mm;
- **A**, uitgangsmateriaal.

Van **lytag** zijn de volgende fracties gebruikt:

- **2C**, een materiaalmonster afkomstig van zeven op 4 mm gevolgd door verkleinen van de fractie > 4 mm tot < 4 mm;
- **2E**, een materiaalmonster afkomstig van het in zijn totaliteit verkleinen tot < 4 mm;
- **2A**, uitgangsmateriaal.

Zoals eerder gesteld, is voor de verkleinde materialen gebruik gemaakt van kolommen met een inwendige diameter van 5 cm en een hoogte van 20 cm. Voor het onverkleinde materiaal is gebruik gemaakt van kolommen met een inwendige diameter van 19 cm en een hoogte van 80 cm.

De kolomtests zijn uitgevoerd volgens ontwerp NEN 7343. Van alle, volgens voorschrift, opgevangen vloeistoffracties zijn de volgende parameters bepaald: pH, geleidbaarheid en gewicht. Daarnaast zijn van de vloeistoffracties monsters genomen en met behulp van Atomaire Absorptie Spectrometrie (AAS), zie bijlage 1, geanalyseerd op een aantal 'gidselementen' voor fosforslak en lytag, te weten:

Fosforslak : Calcium, natrium, arseen, molybdeen en zink.

Lytag : Calcium, arseen, molybdeen en zink.

In tabel 3.1 is voor fosforslak van de verschillende kolomtesten per geanalyseerd metaal de cumulatieve emissie bij $L/S = 10$ (l/kg) weergegeven. In tabel 3.2 zijn dezelfde gegevens weergegeven van de tests met lytag.

Hierbij dient te worden opgemerkt dat, aangezien geen van de experimenten precies bij $L/S = 10$ (l/kg) is beëindigd, de emissies bij deze waarde door middel van inter- en extrapolatie zijn bepaald. De eind-pH waarden bedroegen bij alle fosforslakuitlogingen circa 10 en bij alle lytaguitlogingen circa 9.3.

Tabel 3.1 Cumulatieve emissies bij $L/S = 10$ (l/kg) – fosforslak

Element	Uitloging (mg/kg)		
	Fractie C	Fractie E	Fractie A
Calcium	725	762	551
Natrium	336	320	235
Arseen	0.02	0.02	0.02
Molybdeen	0.07	0.06	0.06
Zink	0.11	0.11	0.13

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

Tabel 3.2 Cumulatieve emissies bij $L/S = 10$ (l/kg) – lytag

Element	Uitloging (mg/kg)		
	Fractie 2C	Fractie 2E	Fractie 2A
Calcium	272	250	295
Arseen	1.52	1.61	1.68
Molybdeen	0.50	0.65	0.58
Zink	0.10	0.11	0.12

In de bijlagen 4 en 5 zijn de cumulatieve emissies (tot $L/S = 10$ l/kg) voor respectievelijk fosforslak en lytag weergegeven.

Conclusies uitlogingen

Op grond van de resultaten van de zes kolomtests kan het volgende worden geconcludeerd:

Fosforslak:

- Voor de spoorelementen arseen, molybdeen en zink geldt dat de cumulatieve uitloging tot $L/S = 10$ (l/kg) ongeacht verkleinen vergelijkbaar is, met andere woorden de invloed van deeltjesgrootteverkleining op het uitlooggedrag is voor deze elementen niet of nauwelijks te constateren. Slechts bij de test in de grote kolom is voor zink een verhoogde uitloging geconstateerd.
- Voor de matrixelementen calcium en natrium echter is te constateren dat de cumulatieve uitloging van het onverkleinde materiaal duidelijk het laagst is, met andere woorden de invloed van verkleinen op het (verhoogde) uitlooggedrag van deze elementen is aantoonbaar; deze conclusie komt overeen met hetgeen in paragraaf 2.2.2.3 (RIVM-onderzoek [1]) is weergegeven.
- De verhoogde uitloging van met name calcium en natrium, tengevolge van het verkleinen van het materiaal, zal hoofdzakelijk worden veroorzaakt door een vergroting van het uitwisselend oppervlak van de deeltjes die met de uitloogvloeistof in contact komen.
- De invloed van de wijze van verkleinen op het uitlooggedrag van zowel de spoor- als de matrixelementen is niet groot.

Lytag:

- Een vergelijking van de uitloging van de spoorelementen arseen, molybdeen en zink uit de diverse monsters toont aan dat ten opzichte van het gemiddelde afwijkingen variërend van 5 (arseen) tot 13% (molybdeen) optreden. De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag is niet aantoonbaar; zowel van arseen als zink blijkt de uitloging uit het onverkleinde lytag zelfs hoger te zijn dan uit de verkleinde monsters.
- Voor de uitloging van calcium kan worden geconstateerd dat deze voor alle drie de kolomtests in dezelfde grootte-orde ligt (afwijking ten opzichte van het gemiddelde 8%). Voor het onverkleinde lytag wordt, in lijn met de uitlogingen van de spoorelementen, waargenomen dat de uitloging hoger is dan bij de verkleinde monsters. De oorzaak hiervoor is niet duidelijk; wellicht ligt deze in de productie van lytag.

- Ten aanzien van calcium kan verder worden geconstateerd (bijlage 5) dat de cumulatieve uitloging bij lage L/S-verhoudingen tot maximaal $L/S = 5$ (l/kg) duidelijk achterblijft voor het onverkleinde lytag (2A), dit in relatie met de beide verkleinde lytag monsters (2E en 2C). Bij $L/S = 10$ (l/kg) daarentegen is deze achterstand ruimschoots goedgemaakt. Dit hier geconstateerde tijdseffect is naar alle waarschijnlijkheid te wijten aan diffusielimiteringen.

Resumerend kan worden gesteld dat voor fosforslak wel een verkleiningseffect is geconstateerd resulterend in verhoogde uitlogingen van calcium en natrium en niet voor de geanalyseerde spoorelementen, terwijl voor lytag voor geen van de geanalyseerde elementen een verkleiningseffect werd waargenomen.

3.3 Effect van de verkleiningsmethode tot $< 125 \mu\text{m}$ op het uitlooggedrag van fosforslak

3.3.1 Inleiding

Voor het bepalen van de invloed van de methode van verkleining op het uitlooggedrag bij verkleining tot $< 125 \mu\text{m}$ (maximale deeltjesgrootte voor de beschikbaarheidstest), onderdeel 2 van dit experimentele onderzoek, is gebruik gemaakt van één van de tot $< 4 \text{ mm}$ verkleinde fracties fosforslak.

Voor het verkleinen tot $< 125 \mu\text{m}$ stond een viertal verkleinapparaten ter beschikking:

- kruisslagmolen;
- schijventrilmolen;
- agaath mortier;
- kogelmolen.

In fase I van onderdeel 2 van het experimentele onderzoek stond het effect van de methode van verkleining op de deeltjesgrootteverdeling centraal, terwijl in fase II het effect van de verkleinmethode op het uitlooggedrag (beschikbaarheidstest) is onderzocht.

In fase I zijn met behulp van de Malvern-laser-techniek de deeltjesgrootteverdelingen van de vier tot $< 125 \mu\text{m}$ verkleinde fosforslak monsters bepaald en met elkaar vergeleken.

In fase II zijn de vier fosforslak monsters in duplo aan de beschikbaarheidstest onderworpen. De uitloogvloeistoffen van de beschikbaarheidstest (bij $\text{pH} = 7$ en bij $\text{pH} = 4$) zijn met behulp van Atomaire Absorptie Spectrometrie (AAS) op een vijftal 'gidselementen' geanalyseerd, waarna de verkregen analysegegevens met elkaar zijn vergeleken. Naast de invloed van het verkleinen op het uitlooggedrag zelf is hierbij tevens aandacht besteed aan eventueel optredende contaminatie van de verkleinde fosforslak vanuit de verkleinapparatuur.

3.3.2 Uitvoering verkleiningsexperimenten tot < 125 µm

Voor de in deze paragraaf te beschrijven experimenten is gebruik gemaakt van fractie C van de fosforslak, namelijk de fractie die eerst is afgezeefd op 4 mm, gevolgd door een verkleining van de fractie > 4 mm tot < 4 mm. De in het onderstaande te beschrijven verschillende methoden van verkleinen hebben in alle gevallen geresulteerd in een 100% verkleining van de monsters tot < 125 µm.

Kogelmolen

Het verkleinen met de kogelmolen is uitgevoerd door TAUW Infra Consult B.V. te Deventer. Deze verkleining is uitgevoerd met een kogelmolen van de firma Retsch, type PM4 met maalgarnituur van korund (minimaal 85% Al_2O_3). Maalcondities: 270 rpm, gedurende 10 minuten.

Schijventrilmolen

Het verkleinen heeft plaatsgevonden met een schijventrilmolen van de firma N.V. Tema, type LS250, maalgarnituur hardstaal. De monsters zijn in fracties gedurende 2 minuten verkleind, waarna het verkleiningsresultaat is gecontroleerd met een 125 µm zeef. Het materiaal dat nog te grof bleek te zijn, werd nogmaals gedurende 2 minuten verkleind.

Agaath mortier

Het verkleinen heeft plaatsgevonden met een agaath mortier van de firma Retsch, type RM 0, met agaath maalgarnituur. Het te verkleinen monster is gedurende 10 minuten gemalen, waarna het verkleiningsresultaat is gecontroleerd met een 125 µm zeef. Het materiaal dat te grof bleek te zijn, werd nogmaals gedurende 10 minuten gemalen.

Kruisslagmolen

Het verkleinen heeft plaatsgevonden met een kruisslagmolen van de firma Retsch SK1, met speciaalstaal maalinzet. Het monster is in één stap gemalen met een bodemzeef van 125 µm.

Bij alle, door TNO-Milieu en Energie, uitgevoerde verkleiningen is eerst een hoeveelheid materiaal voorverkleind ten behoeve van de reiniging van het verkleinapparaat. Dit verkleinde materiaal is vervolgens uit het apparaat verwijderd, waarna het maalgarnituur zo goed mogelijk stofvrij is gemaakt, gevolgd door de daadwerkelijke verkleining. TAUW Infra Consult B.V. meldde een soortgelijke procedure te hebben gevolgd.

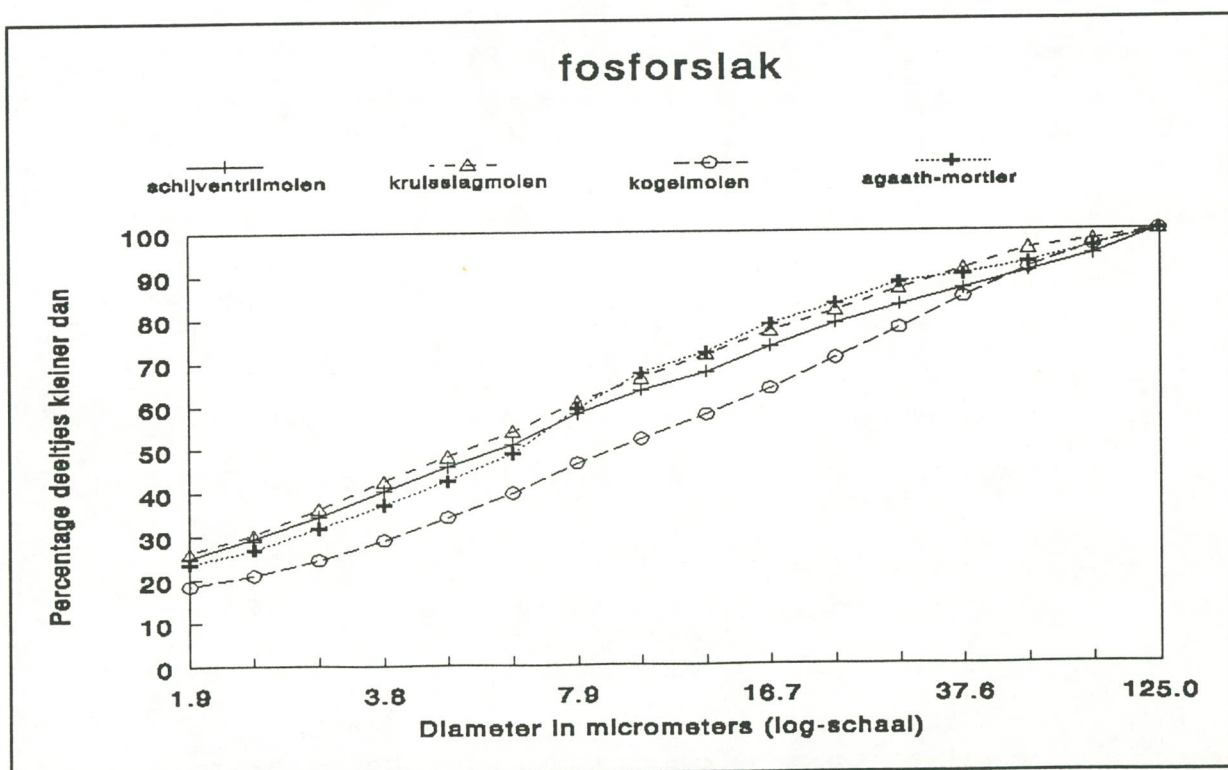
Het resultaat van bovenstaande werkwijze was een viertal fracties verkleinde fosforslak. Per fractie zijn deze met een roterende achtvaksmonsterverdeler verdeeld, hetgeen resulteerde in 4 monsters à circa 16 gram (ten behoeve van het uitvoeren van de beschikbaarheidstests) en 4 monsters à circa 1 gram (ten behoeve van de bepaling van de deeltjesgrootteverdeling met behulp van de Malvern-laser-techniek).

3.3.3 Deeltjesgrootteverdeling fosforslak

De deeltjesgrootteverdeling van de fosforslak, die volgens bovenstaande vier methoden is verkleind tot $< 125 \mu\text{m}$, is per verkleinmethode met behulp van de Malvern-laser-techniek geanalyseerd. Deze analyses zijn per verkleinmethode in viervoud uitgevoerd. De resultaten zijn gemiddeld en per methode grafisch in figuur 3.3 uitgezet. In deze figuur is langs de horizontale as (logaritmische schaal) de diameter van de deeltjes weergegeven, terwijl langs de verticale as het percentage deeltjes dat kleiner dan de desbetreffende diameter is weergegeven.

Ten aanzien van deze gemiddelde percentages kan worden gesteld dat de standaarddeviaties als volgt varieerden:

- schijventrilmolen : 1.4 - 5.2%
- kruisslagmolen : 0.2 - 9.3%
- kogelmolen : 1.1 - 10.0%
- agaath mortier : 0.9 - 5.6%



Figuur 3.3 Deeltjesgrootteverdeling fosforslak na verkleinen tot $< 125 \mu\text{m}$ met behulp van vier methoden van verkleinen

Conclusies deeltjesgrootteverdelingen

Naar aanleiding van de grafische weergave van de deeltjesgrootteverdelingen in figuur 3.3 kunnen de volgende conclusies worden getrokken:

- De standaarddeviaties in ogenschouw nemend blijkt er weinig verschil te zijn tussen de deeltjesgrootteverdelingen als gevolg van verkleinen met de schijventrilmolen, de kruisslagmolen en de agaath mortier.
- De deeltjesgrootteverdeling als gevolg van verkleinen met de kogelmolen vertoont ten opzichte van de andere verkleinapparaten een opmerkelijk afwijkend patroon, met dien verstande dat de na verkleinen resterende fractie uit grovere deeltjes bestaat.

Bovenstaande conclusies gelden voor het verkleinen van de fosforslak onder eerder beschreven condities. Niet nader onderzocht en dus in dit stadium onduidelijk is bijvoorbeeld het effect van de parameter, verkleintijd, op bovenstaand beeld.

3.3.4 Uitlooggedrag fosforslak (beschikbaarheidstest)

Het uitlooggedrag van de tot $< 125 \mu\text{m}$ verkleinde fracties fosforslak is bepaald met behulp van de beschikbaarheidstest welke is beschreven in de Ontwerp Nederlandse Norm (NEN) 7341 [3]. Voor elk van de vier verkleinmethoden, is het verkleinde materiaal in duplo aan de beschikbaarheidstest onderworpen. De analyses zijn uitgevoerd met Atomaire Absorptie Spectrometrie (AAS), zie ook bijlage 1. De verkregen analyseresultaten zijn omgerekend tot de uitgeloopte hoeveelheden (mg/kg materiaal), op basis waarvan de invloed van de verkleinmethode (met de daarbij behorende deeltjesgrootteverdeling) op het uitlooggedrag van de metalen calcium, natrium, arseen, molybdeen en zink uit de verkleinde fosforslak kan worden vastgesteld. Nadere feiten en cijfers omtrent de uitvoering van elk van de uitgevoerde beschikbaarheidstests zijn weergegeven in bijlage 2.

Aan de hand van de verkregen analyseresultaten kan tevens een antwoord worden gegeven op de vraag of de tot $< 125 \mu\text{m}$ verkleinde fracties zijn gecontamineerd met materiaal afkomstig uit de verkleinapparatuur.

In tabel 3.3 zijn per verkleinmethode de beschikbaarheden van het vijftal geanalyseerde metalen weergegeven.

Tabel 3.3 Beschikbaarheden (mg/kg) metalen per verkleinmethode

	Calcium (mg/kg)	Natrium (mg/kg)	Arseen (mg/kg)	Molybdeen (mg/kg)	Zink (mg/kg)
Kruisslagmolen	219875	1234	1.7	2.0	6.4
Kogelmolen	206854	996	2.8	< 1.1	5.2
Agaath mortier	196448	1010	1.3	1.7	6.2
Schijventrilmolen	243125	1233	0.8	3.8	10.0

Conclusies en opmerkingen naar aanleiding van tabel 3.3

Aan de hand van de resultaten van de beschikbaarheidstest, weergegeven in tabel 3.3, zijn de volgende conclusies te trekken:

- Uitgaande van de resultaten ten aanzien van de matrixelementen calcium en natrium kan worden geconstateerd dat de schijventrilmolen gevolgd door de kruisslagmolen voor de grootste beschikbaarheid van deze elementen zorgdraagt.
 - Ten aanzien van de sporelementen arseen, molybdeen en zink geldt dat de grootste beschikbaarheden zijn verkregen na verkleinen met respectievelijk de kogelmolen, de schijventrilmolen en de schijventrilmolen. De spreiding in de beschikbaarheden is groot, reden waarom naar de oorzaak is gezocht. Hiertoe is in het onderstaande tabel 3.4 opgenomen.
 - Hoewel de resultaten van tabel 3.3 hiervoor geen onomstotelijk bewijs leveren kan worden gesteld dat de resultaten van de beschikbaarheidstests erop zouden kunnen duiden dat er tengevolge van het verkleinen met de schijventrilmolen contaminatie van het monster fosforslak met zink en molybdeen is opgetreden. Ten aanzien van molybdeen kan worden verondersteld dat dit afkomstig is van het maalgarnituur van de molen. Dit geldt echter niet voor zink; een mogelijke verklaring kan zijn dat voor verkleining van de fosforslak, een zinkhoudend materiaal is verkleind, waarna de reinigingsprocedure niet afdoende is geweest.
- Hoewel deze veronderstelling op grond van het uitgevoerde onderzoek zeker niet hard te maken is, is het toch verstandig op deze plaats te stellen dat het aanbeveling verdient de schijventrilmolen in deze vorm niet te gebruiken indien materialen onderzocht dienen te worden op bijvoorbeeld molybdeen, tenzij van een ander maalgarnituur gebruik kan worden gemaakt.
- Uit tabel 3.3 kan tevens worden afgeleid dat de mogelijkheid bestaat dat contaminatie van de fosforslak met arseen heeft plaatsgevonden na verkleinen in de kogelmolen. Indien dit het geval is geweest kan ook deze verontreiniging te wijten zijn geweest aan een niet volledig uitgevoerde reinigingsprocedure van de molen.

Tabel 3.4 en de daaruit te trekken conclusies zijn opgenomen om te onderzoeken wat de reden is van de grote spreiding in de beschikbaarheden van de elementen arseen, molybdeen en zink na verkleinen volgens diverse methoden.

Tabel 3.4 Beschikbaarheden (ppm) metalen per verkleinmethode

		Ca (ppm)	Na (ppm)	As (ppb)	Mo (ppb)	Zn (ppb)
Kruisslagmolen	exp. 1	2000	13.3 ¹⁾	15.4	19	55
	2	2010	9.2	15.2	16	62
Kogelmolen	exp. 1	1960	9.2	25	<10	57
	2	1860	9.2	26	<10	38
Agaath mortier	exp. 1	1830	9.5	11.1	15	55
	2	1750	8.9	12.0	15	58
Schijventrilmolen	exp. 1	2140	11.0	6.1	34 ¹⁾	87
	2	2200	11.0	7.7	35	91

¹⁾Herhaalde analyse

Conclusies en opmerkingen naar aanleiding van tabel 3.4

- De duplo's zijn onderling over het algemeen goed te vergelijken.
- Met betrekking tot As: Detectielimiet is 2 ppb. Met uitzondering van de kogelmolenresultaten liggen alle andere waarden binnen een factor 10 boven deze grenswaarde. In relatie gezien met de eerste conclusie lijkt het gevaar van mogelijke afwijkingen hier niet relevant.
- Eventuele contaminatie van de verkleinde monsters (in geval van de schijventrilmolen: Mo en Zn en in geval van de kogelmolen: As) is niet te achterhalen.

Tevens is ter verificatie van tabel 3.3 nader gekeken naar de zuurconsumptie tijdens de eerste en tweede stap van de uitgevoerde beschikbaarheidstests. De zuurconsumpties zijn opgenomen in bijlage 2 van het rapport. De met de kogelmolen verkleinde fosforslak blijkt over het algemeen de laagste zuurconsumptie te hebben gehad, gevolgd door de kruisslagmolen en de agaath mortier. De schijventrilmolenbeschikbaarheidstests kenden duidelijk de hoogste zuurconsumptie, dus de grootste bufferende capaciteit (in lijn met de uitloging van het calcium).

De hogere uitloging van arseen na verkleinen met de kogelmolen lijkt op zich in overeenstemming met de laagste zuurconsumptie (minste buffercapaciteit) in vergelijking met de beschikbaarheidstests na verkleinen met de overige maalapparaten. Voor de overige elementen gaat deze uitspraak in mindere mate op.

Op basis van het bovenstaande (tabel 3.3 en 3.4) lijkt een uitspraak over het geschiktste verkleinapparaat riskant. Wel dient te worden gewezen op de mogelijke contaminatie van het te verkleinen monster vanuit het maalgarntuur.

Hoewel het een en ander niet uit de resultaten van dit onderzoek kan worden opgemaakt zijn de volgende gegevens in het licht van het hier onderzochte aspect 'contaminatie' van wezenlijk belang:

- Van de schijventrilmolen en kruisslagmolen is bekend dat door de samenstelling van het stalen maalbinnenwerk contaminatie van het te verkleinen materiaal met, naast molybdeen, ook chroom en nikkel kan optreden.
- Het maaloppervlak van de agaath mortier bevat niet of nauwelijks metalen (< 0.1%) en valt voorzover het dreigende contaminatie betreft dan ook aan te bevelen.
- De kogelmolen, samengesteld uit korund (> 85% Al_2O_3), kan een kleine hoeveelheid (zware) metalen bevatten, welke contaminatie kan veroorzaken; daar echter de samenstelling niet exact bekend is kan hierover verder geen uitsluitel worden gegeven.

4 Conclusies en aanbevelingen

Conclusies en aanbevelingen naar aanleiding van de literatuurstudie naar de relatie tussen de deeltjesgrootte en het uitlooggedrag:

Vooraf:

De informatie uit de literatuurstudie laat zich maar in beperkte mate rechtstreeks vergelijken met de resultaten van het in dit project uitgevoerde experimentele onderzoek, aangezien de in het verleden door het RIVM, TNO en TAUW Infra Consult B.V. uitgevoerde onderzoeken afwijkende doelstellingen hadden.

In de navolgende beschouwing van de relatie deeltjesgrootte versus uitlooggedrag dient onderscheid te worden gemaakt ten aanzien van het type uitloogtest ten behoeve waarvan materialen worden verkleind:

- beschikbaarheidstest, of
- kolom-, cascade- of enkelvoudige schudtest.

In geval van de beschikbaarheidstest wordt van buiten af de conditie (pH = 4 en/of 7) van de uitloogvloeistof bepaald, dit in tegenstelling tot de overige drie tests, waarbij het te onderzoeken materiaal zelf de samenstelling van de contactvloeistof dicteert.

Ten aanzien van de maximale deeltjesgrootte van 125 µm voor de beschikbaarheidstest wordt aanbevolen deze te handhaven. Met het verkleinen zoals dit voor de beschikbaarheidsbepaling noodzakelijk is, wordt beoogd een schatting te geven van de fractie die, onder condities die zich redelijkerwijs in het milieu kunnen voordoen, maximaal kunnen worden uitgeloozd. Het restant is daarbij zodanig opgesloten in niet-toegankelijke minerale fasen dat niet van substantiële uitloging van deze fasen sprake kan zijn. Bij een kleine maximale deeltjesgrootte van 125 µm kan het resultaat van de test minder worden beïnvloed door een trage diffusie van elementen uit het materiaal, hetgeen de reproduceerbaarheid van de test in belangrijke mate bevordert. Op basis van de geïnventariseerde onderzoeken, waarin beschikbaarheidstests zijn uitgevoerd op verschillende deeltjesgroottefracties van fosforslak, vliegascement prisma en AVI-slak en tevens op AVI-slak als zodanig en tot < 3 mm verkleinde AVI-slak, kan het volgende worden gesteld:

- voor fosforslak en vliegascement prisma geldt dat maximale uitlogingen niet of nauwelijks afhankelijk waren van de zeeffractie waarop de test werd uitgevoerd;
- voor AVI-slak daarentegen bleken de uitloogpercentages veelal toe te nemen naarmate de (oorspronkelijke) deeltjesgroottefractie kleiner was. Aangezien alle zeeffracties tijdens de beschikbaarheidstest, qua pH en deeltjesgrootte, onder identieke omstandigheden zijn uitgeloozd, kan worden geconcludeerd dat de vorm waarin de elementen in de AVI-slak aanwezig zijn per fractie verschillend is.

Voor de maximale uitlogingen van de AVI-slak als zodanig en de tot < 3 mm verkleinde slak geldt dat deze redelijk overeenkomen, hetgeen naast de pH-sturing van de test waarschijnlijk wordt veroorzaakt doordat de uitloogbare fractie met name is gelokaliseerd in de zeeffracties met een deeltjesgrootte < 4 mm.

Hoewel de geïnventariseerde onderzoeken, daar waar de resultaten een onderlinge vergelijking mogelijk maken, elkaar tegenspreken, kan desondanks worden gesteld dat de invloed van de deeltjesgrootte(verkleining) op het uitlooggedrag bij die uitloogtests, waarbij het materiaal zelf de samenstelling van de contactvloeistof bepaalt, duidelijker is dan bij de beschikbaarheidstests. Uit met name het RIVM-onderzoek [1] (paragraaf 2.2.2) blijkt dat bij deze tests, die het tijdseffect van de uitloging moeten voorspellen, een verkleining van het materiaal tot < 3 mm (conform NVN 2508) aanleiding kan zijn voor verschillen in het uitlooggedrag van elementen. Het is hierbij niet altijd regel dat de uitloging toeneemt bij afnemende deeltjesgrootte. Voor sommige elementen valt zelfs een afname te verwachten als gevolg van een pH-stijging. Duidelijk is dat de maximale deeltjesgrootte zelf, maar ook de wijze waarop deze wordt bereikt, van invloed kan zijn op het resultaat van de uitloogtest.

Bij uitloogtests waarbij het materiaal zelf de samenstelling van de uitloogvloeistof bepaalt, kunnen fysische eigenschappen van het materiaal het uitlooggedrag bepalen. Verbreken van fysische bindingen door verkleining kan het uitlooggedrag in belangrijke mate beïnvloeden, hetgeen zoveel mogelijk dient te worden voorkomen.

In het TNO-onderzoek [2] wordt dan ook aanbevolen om te komen tot de keuze van de maximale deeltjesgrootte die de mogelijkheid openlaat om het materiaal te onderzoeken zoals het in praktijksituaties wordt toegepast en/of opgeslagen. Daarnaast dient de deeltjesgrootte van het te onderzoeken materiaal dusdanig te zijn dat een representatief deelmonster kan worden genomen. Bij de kolomtest kan dit echter wel een praktisch bezwaar opleveren door de gehanteerde kolomdiameter van 50 mm. Om randeffecten bij de kolomuitloging te voorkomen, mogen de deeltjes in de kolom niet groter zijn dan 3-5 mm. Indien van verkleining van materiaal met grotere deeltjes mag worden verwacht dat de resultaten van de kolomtest worden beïnvloed, kan uitvoering van de test in een kolom met grotere diameter worden overwogen. Ten einde inzicht te verkrijgen in de materialen waarvoor een dergelijke aanpassing vereist zou zijn, is dan ook aanbevolen om een inventarisatie te maken van (afval)stoffen die voor het uitvoeren van uitloogtests verkleind dienen te worden, daarbij inschattend wat de invloed van deze verkleining zou kunnen zijn. Afhankelijk van het resultaat van deze inventarisatie zou dienen te worden bekeken of aanpassing van de maximale deeltjesgrootte en/of testomschrijving is gewenst.

Conclusies en aanbevelingen naar aanleiding van het experimentele onderzoek naar het effect van verkleinen tot < 4 mm en tot < 125 µm op het uitlooggedrag:

Verkleinen tot < 4 mm (fosforslak en lytag)

— Deeltjesgrootteverdeling

Het onderzoek heeft aangetoond dat de methode van deeltjesverkleining tot < 4 mm, ten behoeve van uitvoering van de kolom- en cascadetest, weinig of geen invloed heeft op het resultaat van de verkregen deeltjesgrootteverdelingen van de verkleinde materialen.

— Uitloging

Het onderzoek naar de uitloging van verkleind en onverkleind **fosforslak** op basis van de kolomtest heeft aangetoond dat voor spoorelementen zoals arseen, molybdeen en zink weinig of geen invloed van deeltjesgrootteverkleining op het uitlooggedrag is te constateren; alleen molybdeen kende voor het onverkleinde fosforslak een hogere uitloging dan voor de verkleinde monsters. Voor matrixelementen zoals calcium en natrium kan worden geconcludeerd dat er een in meer of mindere mate verhoogde uitloging tengevolge van verkleinen plaatsvindt. De invloed van de wijze van verkleinen op het uitlooggedrag is vrijwel te verwaarlozen.

Het onderzoek naar de uitloging van verkleind en onverkleind **lytag** op basis van de kolomtest heeft aangetoond dat voor zowel de matrix- als de spoorelementen geen invloed van verkleinen op het uitlooggedrag is te constateren. Het is zelfs zo dat voor drie van de vier geanalyseerde metalen het onverkleinde lytag een hogere uitloging gaf dan de verkleinde monsters. De oorzaak hiervan is onduidelijk, maar kan wellicht worden gevonden in de productie van lytag.

Voor zover een vergelijking van deze resultaten met de in de literatuurstudie weergegeven onderzoeken mogelijk is, kan worden geconstateerd dat de, als gevolg van verkleinen verhoogde uitloging van de matrixelementen van fosforslak, overeenkomt met de in paragraaf 2.2.2 (RIVM-onderzoek) gevonden resultaten. Dit in tegenstelling tot het TAUW-onderzoek (paragraaf 2.3.3), waar in schudtestexperimenten geen verhoogde uitloging van de matrixelementen als gevolg van verkleinen werd geconstateerd, hetgeen overeenkomt met de resultaten van de lytag tests. De niet geconstateerde invloed van verkleinen op het uitlooggedrag van de spoorelementen (fosforslak en lytag) stemt daarentegen in mindere mate met het RIVM-onderzoek overeen, daarentegen wel met de resultaten van het TAUW-onderzoek.

Uitgaande van het feit dat deze uitloogtests met name worden uitgevoerd ter bepaling van de in potentie milieuhygiënisch bezwaarlijke spoorelementen, kan het bovenstaande experimentele onderzoeksresultaat als een onderbouwing van de maximale deeltjesgrootte van 4 mm voor uitvoering van de kolom- en cascade-test op korrelvormige materialen worden gezien. Hierbij dient echter niet uit het oog te worden verloren dat bij een materiaal als fosforslak de matrixelementen als gevolg van verkleinen wel een verhoogde uitloging kennen.

Verkleinen tot < 125 µm (fosforslak)

Vooraf:

De doelstelling van dit deel van het onderzoek was dusdanig dat een vergelijking met onderzoeksresultaten uit de literatuurstudie niet mogelijk is.

— Deeltjesgrootteverdeling

Het onderzoek heeft aangetoond dat van de vier methoden van deeltjesverkleining tot < 125 µm, ten behoeve van uitvoering van de beschikbaarheidstest de schijventrilmolen, de kruisslagmolen en de agaath mortier een fijnere deeltjesgrootteverdeling opleveren dan de kogelmolen. Niet onderzocht is het effect van de tijd van verkleinen op het resultaat.

— **Uitloging**

Op basis van de uitlogingen van de elementen calcium, natrium, zink, arseen en molybdeen, kan worden gesteld dat de schijventrilmolen over het algemeen zorgdraagt voor de grootste overall-beschikbaarheid van deze elementen. De spreiding in de beschikbaarheden (met name in het geval van de spoorelementen) is groot. De preciese oorzaak hiervan is niet achterhaald. Wellicht is contaminatie vanuit het maalgarnituur of vanwege een vorige verkleining de oorzaak.

— **Contaminatie**

De resultaten van de beschikbaarheidstests zouden er op kunnen duiden dat er tengevolge van het verkleinen met de schijventrilmolen contaminatie van het monster fosforslak met de metalen zink en molybdeen is opgetreden, waarbij met name molybdeen afkomstig kan zijn van bestanddelen van het maalgarnituur. Het verdient aanbeveling de schijventrilmolen in deze vorm niet te gebruiken indien materialen onderzocht dienen te worden op molybdeen, tenzij van een ander maalgarnituur gebruik kan worden gemaakt.

Ook de kruisslagmolen is vanwege zijn bouw in potentie in staat te verkleinen materialen te contamineren met metalen afkomstig uit het stalen maalgarnituur.

Op basis van de combinatie deeltjesgrootteverdeling, uitloging en mogelijke contaminatie van het te verkleinen materiaal lijkt een uitspraak over het geschiktste verkleinapparaat riskant. In de voorschriften voor de Nederlandse Voornorm NVN 7312 dient echter wel een opmerking over de mogelijke contaminatie van het te verkleinen monster vanuit het maalgarnituur te worden gemaakt.

5 Literatuur

- [1] Anthonissen, I.H., Versluijs, C.W., Valentijn, E.,
Milieuhygiënische implicaties van nuttige toepassingen van primaire en
secundaire grondstoffen op of in de bodem, Rapport nr. 738504007,
Onderzoek naar de praktijkrelevantie van de standaarduitloogtest door
middel van schaalvergroting, RIVM, april 1990.

- [2] Afrondende werkzaamheden werkgroep SOSUV-1, deelrapportages van
TNO-Apeldoorn en TAUW Infra Consult B.V., februari 1989.
 - Gerritsen, R., Mulder, E.,
Invloed van deeltjesgrootte op het uitlooggedrag van vliegask/cement
prisma's en fosforslak,
TNO-rapportage ref.nr. 88-064, februari 1988.
 - N.N.,
Relatie korrelgrootte en uitlooggedrag AVI-slakken,
Tauw Infra Consult B.V. rapportage 106-390, januari 1988.

- [3] Mulder, E.,
De beschikbaarheidstest; een samenvattende beschouwing,
TNO-rapportage ref.nr. 91-443, december 1991.

- [4] NNI,
Verbrandingsprodukten van vaste brandstoffen – Bepaling van de
uitloogkarakteristieken van kolenreststoffen,
NVN 2508, februari 1988.

- [5] ECN,
Bepaling van de uitloogkarakteristieken van anorganische componenten
uit vaste korrelvormige bouwmaterialen en afvalstoffen,
ontwerp NEN 7343, november 1991.

6 Verantwoording

Naam en adres van de opdrachtgever

NOVEM B.V.

Postbus 8242

3503 RE Utrecht

Namen en functies van de medewerkers

Ir. J.J.D. van der Steen – wetenschappelijk medewerker

Ing. G.J. Grootenboer – research medewerker

Namen van instellingen waaraan een deel van het onderzoek is uitbesteed

TNO Voeding

Tauw Infraconsult B.V.

Datum waarop, of tijdsbestek waarin, het onderzoek heeft plaatsgehad
december 1990 – juli 1992

Ondertekening

Ir. J.J.D. van der Steen
onderzoekleider

Goedgekeurd door

Ir. C.L. van Deelen
werkgroep leider

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

Bijlage 1 Uitvoering analyses

<i>Element</i>	<i>Bepalingsmethode</i>
Calcium	NEN 6446
Natrium	NEN 6423
Arseen	NEN 6457
Molybdeen	ETAAS
Zink	NEN 6443

De invloed van deeltjesverkleining op het uitlooggedrag van bouwmaterialen en afvalstoffen

Bijlage 2 Gegevens beschikbaarheidstests

Verkleinmethode : kruisslagmolen 1

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Gemeten concentraties
in extract, in ug/l:

Beschikbaarheid in
mg/kg droge stof:

Ingewogen vaste stof: 15.9 g
Toegev. demi-water 1e stap: 795 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 86.17 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 65.66 ml

calcium 2000000 ug/l
natrium 13300 ug/l
arseen 15.4 ug/l
molybdeen 19 ug/l
zink 55 ug/l

calcium 219098.1 mg/kg
natrium 1457 mg/kg
arseen 1.7 mg/kg
molybdeen 2.1 mg/kg
zink 6.0 mg/kg

L/S-verhouding: 110 l/kg

pH na 1 min.: 11.16
pH na 10 min.: 11.25

Verkleinmethode : kruisslagmolen 2

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Gemeten concentraties
in extract, in ug/l:

Beschikbaarheid in
mg/kg droge stof:

Ingewogen vaste stof: 16.34 g
Toegev. demi-water 1e stap: 817 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 83.5 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 76.26 ml

calcium 2010000 ug/l
natrium 9200 ug/l
arseen 15.2 ug/l
molybdeen 16 ug/l
zink 62 ug/l

calcium 220652.2 mg/kg
natrium 1010 mg/kg
arseen 1.7 mg/kg
molybdeen 1.8 mg/kg
zink 6.8 mg/kg

L/S-verhouding: 110 l/kg

pH na 1 min.: 10.89
pH na 10 min.: 11.02

Verkleinmethode : agaath-mortier 3

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Gemeten concentraties
in extract, in ug/l:

Beschikbaarheid in
mg/kg droge stof:

Ingewogen vaste stof: 16.42 g
Toegev. demi-water 1e stap: 821 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 71.07 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 75.51 ml

L/S-verhouding: 109 l/kg

calcium	1830000 ug/l	calcium	199336.3 mg/kg
natrium	9500 ug/l	natrium	1034.8 mg/kg
arsen	11.1 ug/l	arsen	1.2 mg/kg
molybdeen	15 ug/l	molybdeen	1.6 mg/kg
zink	55 ug/l	zink	6.0 mg/kg

pH na 1 min.: 10.33
pH na 10 min.: 10.8

Verkleinmethode : agaath-mortier 4

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Gemeten concentraties
in extract, in ug/l:

Beschikbaarheid in
mg/kg droge stof:

Ingewogen vaste stof: 15.71 g
Toegev. demi-water 1e stap: 785.5 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 71.43 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 95.19 ml

L/S-verhouding: 111 l/kg

calcium	1750000 ug/l	calcium	193560.5 mg/kg
natrium	8900 ug/l	natrium	984.4 mg/kg
arsen	12 ug/l	arsen	1.3 mg/kg
molybdeen	15 ug/l	molybdeen	1.7 mg/kg
zink	58 ug/l	zink	6.4 mg/kg

pH na 1 min.: 10.06
pH na 10 min.: 10.48

Verkleinmethode : schijventrilmolen 5

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Gemeten concentraties
in extract, in ug/l:

Beschikbaarheid in
mg/kg droge stof:

Ingewogen vaste stof: 15.92 g
Toegev. demi-water 1e stap: 796 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 113.5 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 107.42 ml

L/S-verhouding: 114 l/kg

calcium 2140000 ug/l
natrium 11000 ug/l
arseen 6.1 ug/l
molybdeen 34 ug/l
zink 87 ug/l

calcium 243696.5 mg/kg
natrium 1252.6 mg/kg
arseen 0.7 mg/kg
molybdeen 3.9 mg/kg
zink 9.9 mg/kg

pH na 1 min.: 10.12
pH na 10 min.: 10.71

Verkleinmethode : schijventrilmolen 6

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Gemeten concentraties
in extract, in ug/l:

Beschikbaarheid in
mg/kg droge stof:

Ingewogen vaste stof: 15.84 g
Toegev. demi-water 1e stap: 792 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 98.26 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 64.13 ml

L/S-verhouding: 110 l/kg

calcium 2200000 ug/l
natrium 11000 ug/l
arseen 7.7 ug/l
molybdeen 34 ug/l
zink 91 ug/l

calcium 242554.2 mg/kg
natrium 1212.8 mg/kg
arseen 0.8 mg/kg
molybdeen 3.7 mg/kg
zink 10.0 mg/kg

pH na 1 min.: 10.97
pH na 10 min.:

Verkleinmethode : kogelmolen 7

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

Ingewogen vaste stof: 15.64 g
Toegev. demi-water 1e stap: 782 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 63.26 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 69.31 ml

L/S-verhouding: 108 l/kg

pH na 1 min.: 10.75
pH na 10 min.: 10.92

Gemeten concentraties in extract, in ug/l:	Beschikbaarheid in mg/kg droge stof:
calcium 1960000 ug/l	calcium 212613.6 mg/kg
natrium 9200 ug/l	natrium 998.0 mg/kg
arsen 25 ug/l	arsen 2.7 mg/kg
molybdeen < 10 ug/l	molybdeen < 1.1 mg/kg
zink 57 ug/l	zink 6.2 mg/kg

Verkleinmethode : kogelmolen 8

Resultaten beschikbaarheidstest:

Meetgegevens beschikbaarheidstest:

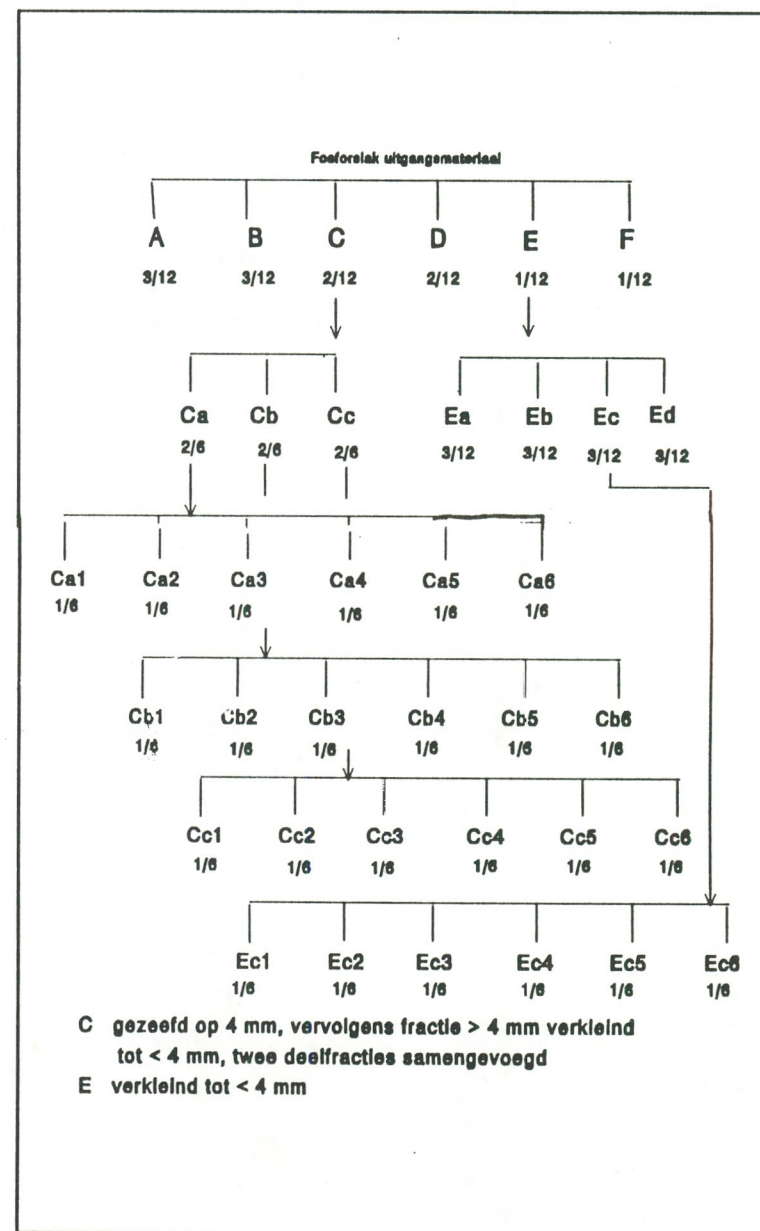
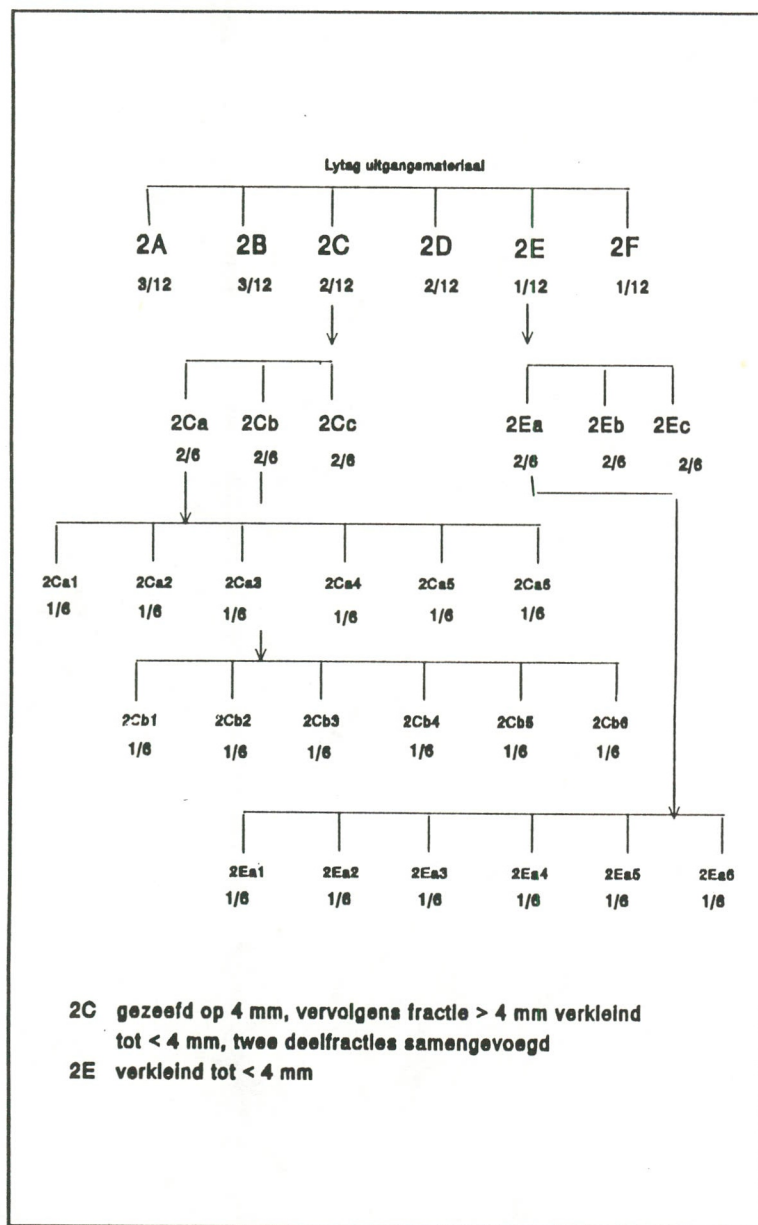
Ingewogen vaste stof: 16.61 g
Toegev. demi-water 1e stap: 830.5 ml
Toegevoegd zuur 1e stap: 65.36 ml
Toegevoegd zuur 2e stap: 69.43 ml

L/S-verhouding: 108 l/kg

pH na 1 min.: 10.72
pH na 10 min.: 10.91

Gemeten concentraties in extract, in ug/l:	Beschikbaarheid in mg/kg droge stof:
calcium 1860000 ug/l	calcium 201093.9 mg/kg
natrium 9200 ug/l	natrium 994.7 mg/kg
arsen 26 ug/l	arsen 2.8 mg/kg
molybdeen < 10 ug/l	molybdeen < 1.1 mg/kg
zink 38 ug/l	zink 4.1 mg/kg

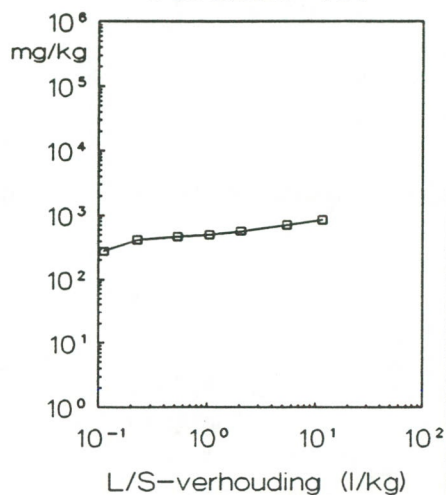
Bijlage 3 Verdeelschema fosforslak en lytag



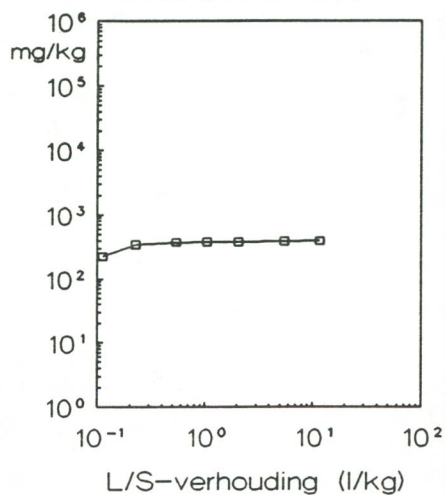
Cumulative emissies, verschillende kolommen

Fosforslak

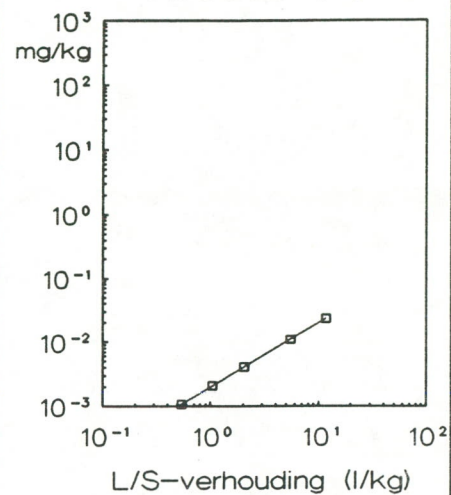
Calcium (C)



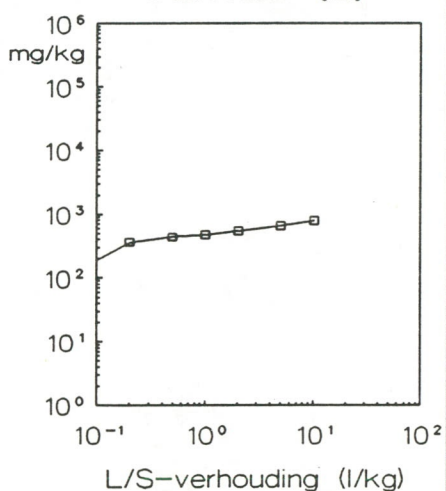
Natrium (C)



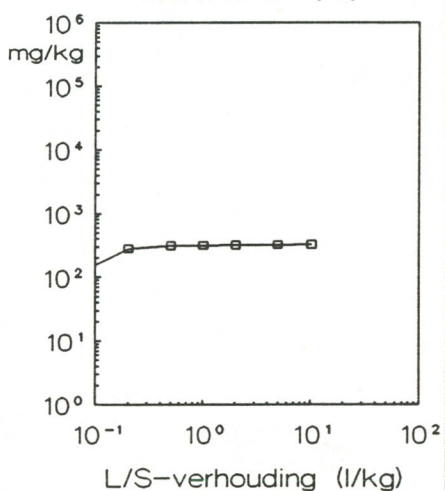
Arseen (C)



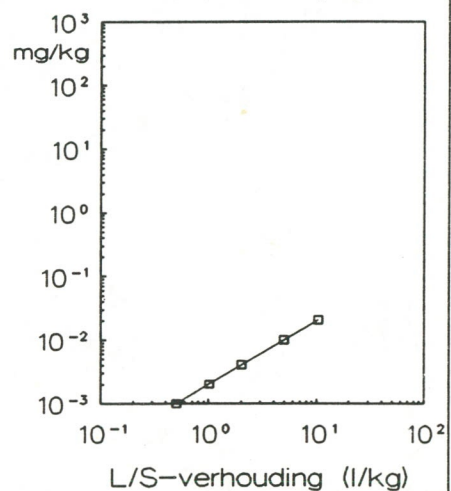
Calcium (E)



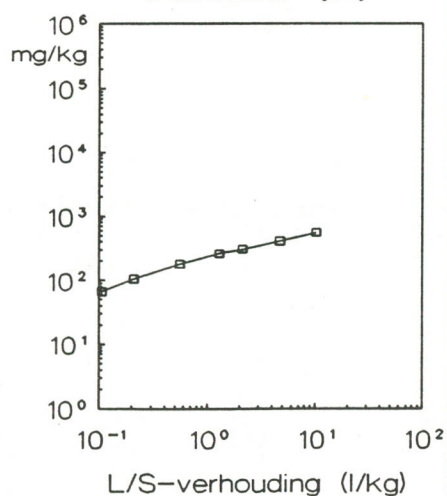
Natrium (E)



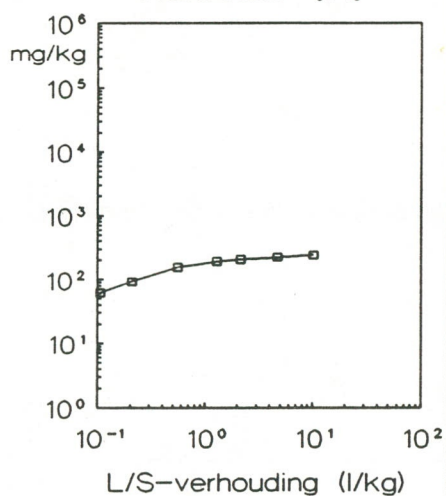
Arseen (E)



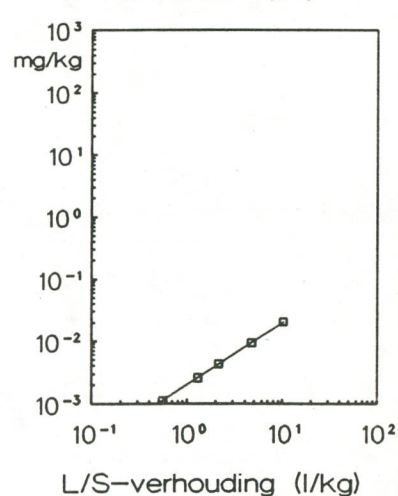
Calcium (A)



Natrium (A)



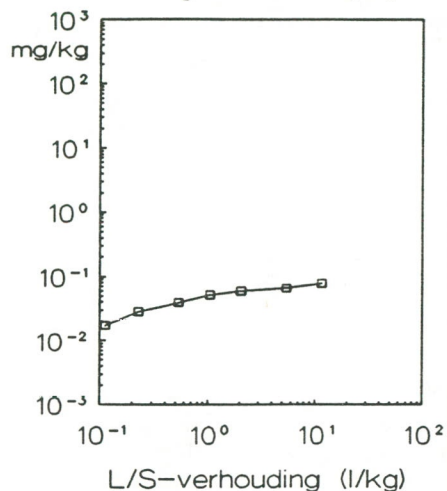
Arseen (A)



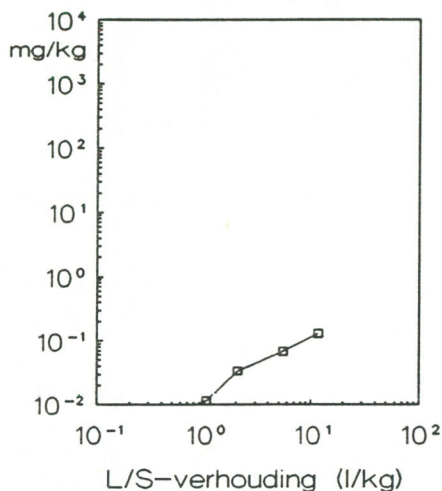
Cumulatieve emissies, verschillende kolommen

Fosforslak

Molybdeen (C)

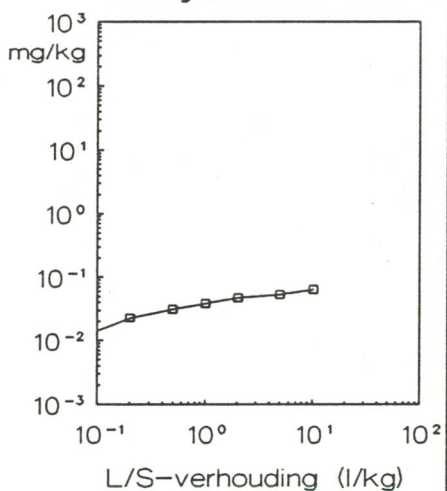


Zink (C)

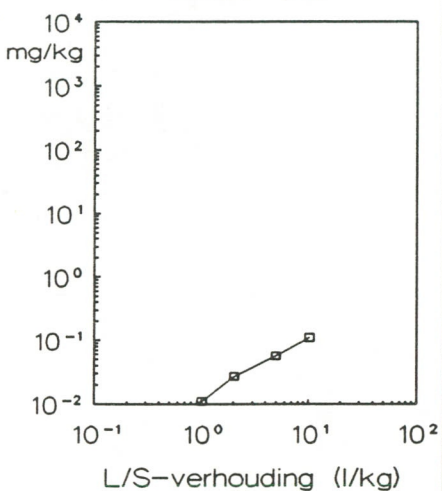


C = gezeefd en verkleind

Molybdeen (E)

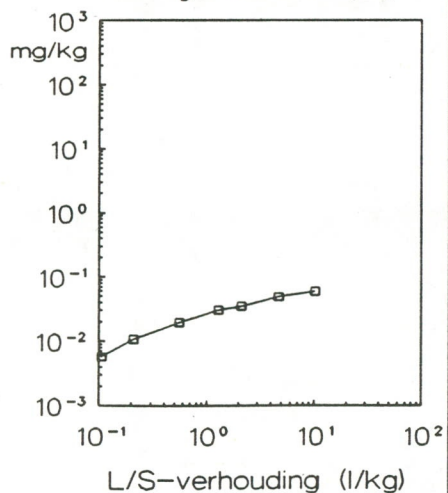


Zink (E)

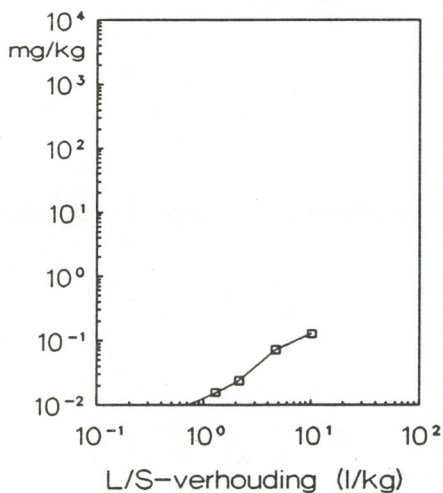


E = verkleind

Molybdeen (A)



Zink (A)



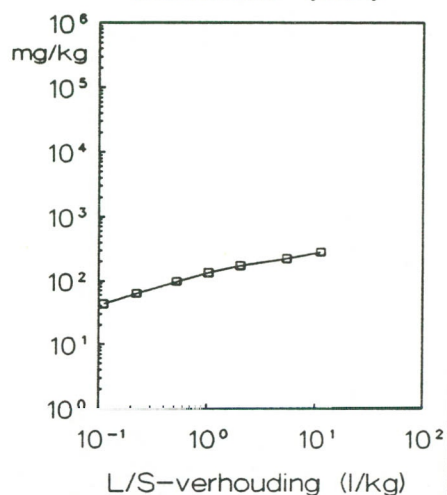
A = uitgangsmateriaal

Bijlage 5 Cumulatieve emissies lytag – kolomtests

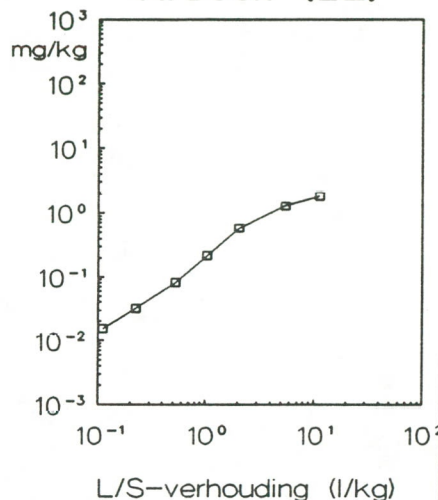
Cumulative emissies, verschillende kolommen

Lytag

Calcium (2E)

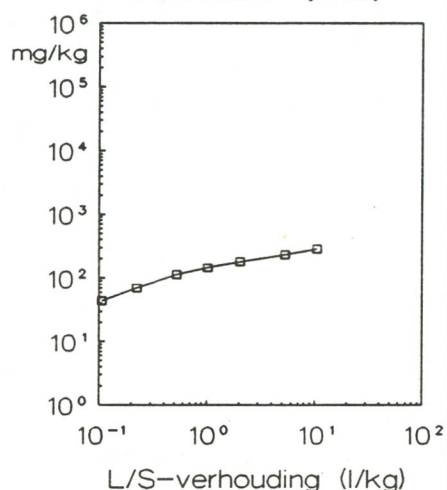


Arseen (2E)

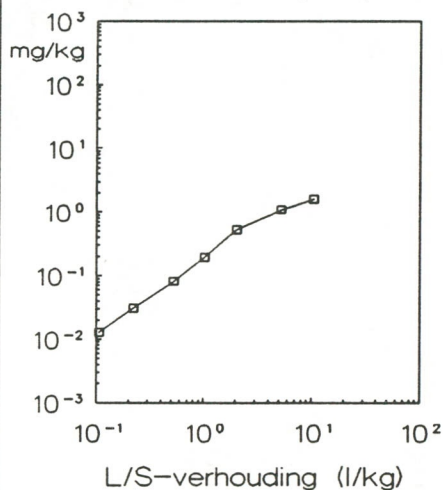


2E = verkleind

Calcium (2C)

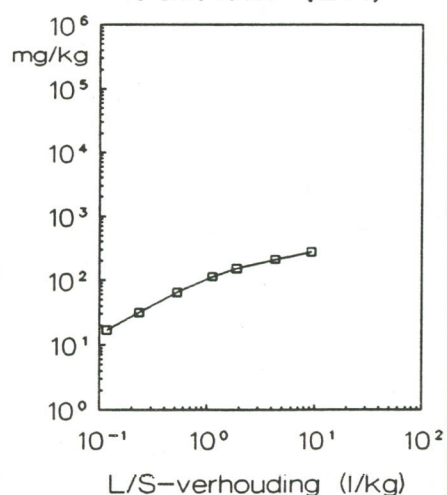


Arseen (2C)

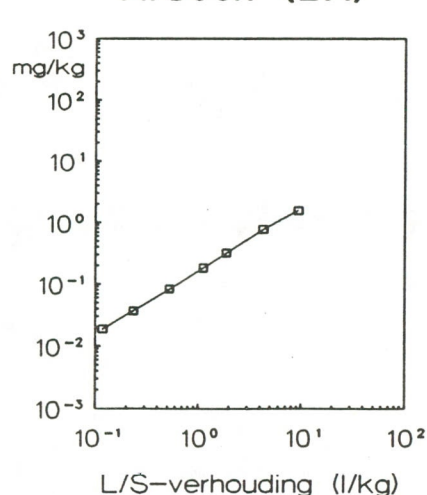


**2C = gezeefd
en verkleind**

Calcium (2A)



Arseen (2A)

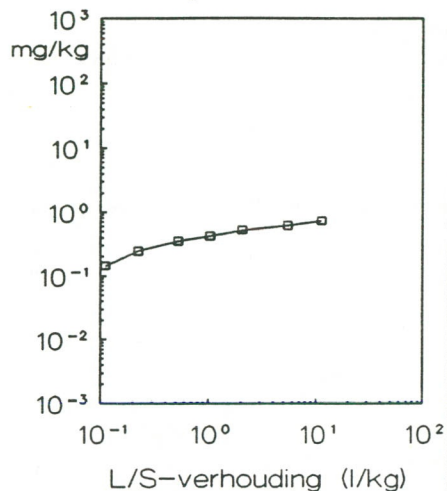


**2A = uitgangs-
materiaal**

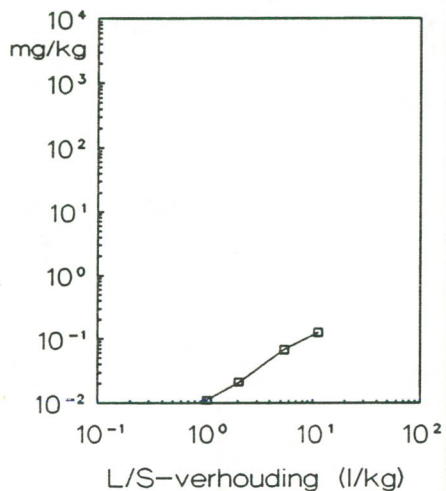
Cumulatieve emissies, verschillende kolommen

Lytag

Molybdeen (2E)

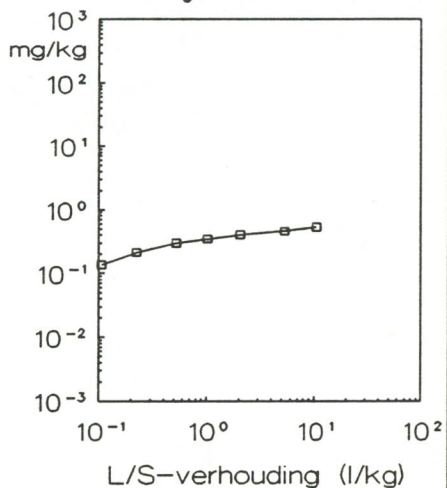


Zink (2E)

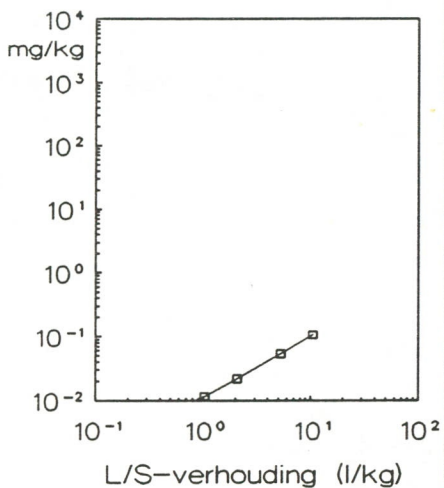


2E = verkleind

Molybdeen (2C)

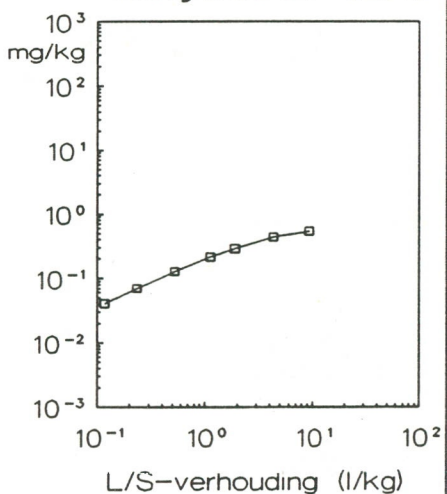


Zink (2C)

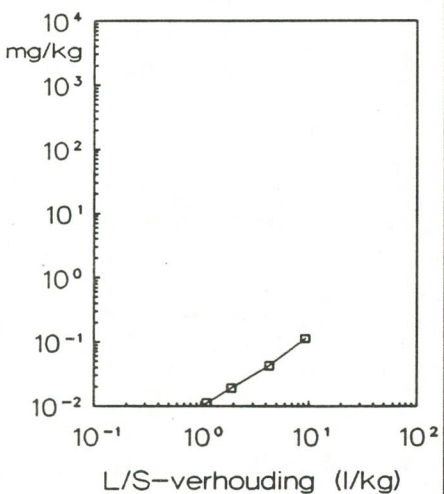


2C = gezeefd en verkleind

Molybdeen (2A)



Zink (2A)



2A = uitgangsmateriaal