

Accreditatieprogramma

**Keuring van partijen grond,
bouwstoffen en korrelvormige
afvalstoffen
Onderdeel : Uitloogonderzoek**

AP04 – U



Versie 10

Inhoud onderdeel uitloogonderzoek (U)

U1 INTRODUCTIE	5
U2 OVERZICHT VAN VERRICHTINGEN	6
U3 BEGRIPPEN / PARAMETERS	7
U4 VALIDATIE VAN EEN VERRICHTING	8
U4.1 KEUZE VAN MATERIALEN EN COMPONENTEN VOOR DE VALIDATIE	8
U4.2 TESTPROCEDURE EN KWANTIFICERING VAN DE PRESTATIEKENMERKEN	9
U4.2.1 Bepalen van de(intralaboratorium)reproduceerbaarheids-standaardafwijking	10
U4.2.2 Validatie van berekeningsmethoden	10
U4.3 RAPPORTAGE VAN VALIDATIEWERKZAAMHEDEN	11
U5 KWALITEITSBORGING VAN EEN VERRICHTING	12
U5.1 EERSTELIJNSCONTROLE	12
U5.1.1 Controle van de temperatuur in het laboratorium	12
U5.1.2 Controle van de percolatiesnelheid (kolomproef).....	12
U5.1.3 Controle kwaliteit demiwater	13
U5.2 TWEDELIJNSCONTROLE.....	13
U5.2.1 Controlekaarten	14
U5.2.2 Invullen van een controlekaart (NEN 6603)	14
U5.2.3 Toetsing op een controlekaart	15
U5.3 DERDELIJNSCONTROLE.....	15
U6 TECHNISCHE BESCHRIJVING EN KWALITEITSBORGING VAN DE VERRICHTINGEN	19
U6.1 MATRIX VAN VERRICHTINGEN EN MATERIAALGROEPEN.....	19
U6.2 PRESTATIEBLADEN	21
Prestatieblad U.I Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de kolomproef (aerobe omstandigheden)	21
Prestatieblad U.II Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de diffusieproef.....	24
Prestatieblad U.III Bepaling van de beschikbaarheid voor uitlogen van anorganische componenten	32
Prestatieblad U.IV Bepaling van de pH in eluaten	35
Prestatieblad U.V Bepaling van de geleidbaarheid in eluaten	37
Instructieblad U.VI Conservering van eluaten	39
Instructieblad U.VII Coaten van oppervlakken van vormgegeven bouwstoffen t.b.v. de diffusieproef	40
Vervolg prestatieblad: Coaten van oppervlakken van vormgegeven bouwstoffen.....	41
Prestatieblad U.VIII Verkorte uitloogproef voor korrelvormige afvalstoffen	42
Prestatieblad U.IX Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de kolomproef (anaerobe omstandigheden)	44
U7 VAN TOEPASSING ZIJNDE DOCUMENTEN	46
U7.1 NORMATIEVE DOCUMENTEN	46
U7.2 INFORMATIEVE DOCUMENTEN.....	47
BIJLAGEN	48



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

BIJLAGE U1 STATISTISCHE ONDERBOUWING VAN DE PRESTATIEKENMERKEN VOOR UITLOOGPROEVEN 48



Eigendomsrecht

Dit document is opgesteld in opdracht van en uitgegeven door de Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer (SIKB). Het Accreditatiecollege (AC) Bodembeheer, ondergebracht bij SIKB, beheert dit document inhoudelijk. De actuele versie van het document staat op de website van SIKB (www.sikb.nl) en is op elektronische wijze tegen ongewenste aanpassingen beschermd. Het is niet toegestaan om wijzigingen aan te brengen in de originele en door het AC Bodembeheer goedgekeurde en vastgestelde teksten met het doel hieraan rechten te (kunnen) ontleen.

Vrijwaring

SIKB is behoudens in geval van opzet of grove schuld niet aansprakelijk voor schade die bij de Raad voor Accreditatie, het geaccrediteerde bedrijf of derden ontstaat door het toepassen van dit document met de bijbehorende documenten en het gebruik van deze accreditatieregeling.

© Copyright SIKB

Overname van tekstdelen is toegestaan met bronvermelding. Alle rechten berusten bij SIKB.

Bestelwijze

Dit document en de bijbehorende documenten zijn in digitale vorm kosteloos te verkrijgen via de website van SIKB. Een ingebonden versie kunt u bestellen tegen kosten bij SIKB.

Updateservice

Door het AC Bodembeheer vastgestelde mutaties in dit document zijn te verkrijgen bij SIKB. Via www.sikb.nl kunt u zich aanmelden voor automatische toezending van mutaties. U kunt daar ook verzoeken tot toezending per post van de gratis reguliere nieuwsbrief van SIKB: info@sikb.

Helpdesk/gebruiksaanwijzing

Voor vragen over inhoud en toepassing van dit document kunt u terecht bij SIKB. Voor geschillen in het kader van beoordelingen zie de klachten- en geschillenregeling in de Beleidsregel Accreditatie, ook bekend onder de code RvA-BR002, te downloaden van www.rva.nl.



U1 Introductie

Het Accreditatieprogramma "voor keuringen van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen, onderdeel uitloogonderzoek" (hierna te noemen AP04-U) beschrijft de verrichtingen en de prestatiekenmerken van de verrichtingen, welke in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit, alsmede de Regeling acceptatie afvalstoffen op stortplaatsen en de Regeling melden bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen dienen te worden toegepast voor de uitvoering van uitloogonderzoek. Verder zijn de testprocedures gedefinieerd voor het bepalen van de prestatiekenmerken met de daarbij behorende criteria, waaraan een verrichting moet voldoen.

Referentiepunten van het Accreditatieprogramma AP04-U zijn de (inter)nationaal genormaliseerde verrichtingen, welke bij het onderzoek in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit en de Regeling acceptatie afvalstoffen op stortplaatsen en de Regeling melden bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen worden gebruikt. Alle verrichtingen op het gebied van uitloogonderzoek "in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit " en "in het kader van de Regeling acceptatie afvalstoffen op stortplaatsen en de Regeling melden bedrijfsafvalstoffen en gevaarlijke afvalstoffen" dienen te worden uitgevoerd zoals in dit Accreditatieprogramma beschreven; het zijn methode-bepaalde verrichtingen. Er zijn in dit onderdeel (AP04-U) dan ook geen gelijkwaardigheidscriteria opgenomen.

In dit document zijn de op uitloogonderzoek betrekking hebbende verrichtingen welke onder het Accreditatieprogramma vallen, in hoofdstuk U2 vermeld. In hoofdstuk U3 worden de gebruikte begrippen en parameters gedefinieerd en in hoofdstuk U4 is de validatie van een verrichting weergegeven door algemeen geaccepteerde procedures. In hoofdstuk U5 is de eerste, tweede en derdelijnscontrole omschreven welke minimaal moet worden toegepast tijdens de uitvoering van verrichtingen welke vallen onder het Accreditatieprogramma voor keuringen van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. De technische gegevens van de verrichtingen en de daarbij horende prestatiekenmerken zijn in hoofdstuk U6 vermeld.



U2 Overzicht van verrichtingen

In dit onderdeel van het Accreditatieprogramma zijn alle verrichtingen opgenomen, welke nodig zijn voor het uitvoeren van uitloogonderzoek in het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit.

De op in dit onderdeel beschreven verrichtingen van toepassing zijnde normversies zijn vermeld in hoofdstuk U7.

De verrichtingen zijn ingedeeld in een tweetal pakketten voor de specificatie Uitloogonderzoek. In deze pakketten zijn tevens opgenomen de relevante verrichtingen met betrekking tot monstervoorbehandeling en analyse van eluaten (zie AP04-A).

De volgende verrichtingen worden in AP04-U beschreven:

- Bepaling van de beschikbaarheid voor uitloggen van anorganische componenten.
- Bepaling van de emissie van anorganische componenten bij $L/S = 10$, d.m.v. de kolomproef onder aerobe omstandigheden.
- Bepaling van de emissie van anorganische componenten bij $L/S = 10$, d.m.v. de kolomproef onder anaerobe omstandigheden.
- Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de diffusieproef
- Verkorte uitloogproef voor korrelvormige afvalstoffen .
- Bepaling van de pH in eluaten.
- Bepaling van de geleidbaarheid in eluaten.

Daarnaast wordt in AP04-U een tweetal ondersteunende activiteiten beschreven:

- Conservering van eluaten.
- Coaten van oppervlakken van vormgegeven bouwstoffen t.b.v. de diffusieproef.

Voor de monstervoorbehandeling van grond en bouwstoffen voor het uitloogonderzoek wordt verwezen naar het desbetreffende Accreditatieprogramma AP04-V.



U3 Begrippen / parameters

Voor definities met betrekking tot kwaliteitssysteemaspecten en prestatiekenmerken gelden definities zoals opgenomen in NEN 7777/C1 en NEN 7778/C1. Voor definities met betrekking tot materialen en uitlogingsonderzoeken gelden definities zoals opgenomen in NEN 7360/A1. Daarnaast worden de volgende definities uit andere bronnen of eigen definities gehanteerd.

Conforme (meet)methode

Voor de definitie van conforme (meet)methode wordt verwezen naar het toelichtend document RVA-T001 van de Raad voor Accreditatie.

Controlemonster

Homogeen materiaal dat qua uitloging, samenstelling en vorm wordt geaccepteerd als zijnde representatief voor monsters en dat is bedoeld voor de controle op één of meer prestatiekenmerken van de meetmethode.

Emissie

Uitgeloogde hoeveelheid, berekend op basis van de (meet)resultaten van een uitloogproef, uitgedrukt in mg/kg droge stof of in mg/m² productoppervlak.

Opmerking: De begrippen "uitloging" en "emissie" hebben veel gemeen. Het verschil zit in het feit dat de uitloging wordt bepaald (middels de totale verrichting) en dat de emissie wordt berekend (in het berekeningsgedeelte van de verrichting).

L/V-waarde

Het quotiënt van het volume uitloogvloeistof in de diffusieproef en het volume van het te onderzoeken proefstuk (product of monoliet), uitgedrukt in l/l.

z-score

$$z_i = \frac{x_i - \bar{x}}{s}$$

Afwijking van de meetwaarde met de toetswaarde, in verhouding tot de standaardafwijking.

Hierbij is:

- xi: meetwaarde;
- \bar{x} : toetswaarde zoals:
 - "assigned value" bij een interlaboratorium onderzoek;
 - toegekende waarde bij een referentiemateriaal;
 - meetwaarde van een referentiemethode.
- s: standaardafwijking.

Toelichting 1: *In principe wordt in dit document steeds getoetst aan de in het prestatieblad geëiste standaardafwijking.*



U4 Validatie van een verrichting

Bij de introductie of wijziging van een verrichting dient een intralaboratoriumvalidatie-onderzoek te worden uitgevoerd. In dit validatie-onderzoek moet worden aangetoond dat de diverse verrichtingen kunnen worden uitgevoerd conform de daaraan in de prestatiebladen (hoofdstuk U6) gestelde eisen (m.a.w. dat aan de prestatiekenmerken kan worden voldaan).

In een validatie-onderzoek voor uitloogonderzoek gaat het hierbij om de prestatiekenmerken intralaboratoriumreproduceerbaarheid en (voor sommige verrichtingen) de herhaalbaarheid.

In principe behoren de prestatiekenmerken te gelden voor de gehele verrichting, zoals beschreven in het voorschrift. Dus bijvoorbeeld inclusief de berekening van de emissie. Indien dit niet het geval is, staat expliciet in het prestatieblad of het validatie-onderzoek aangegeven voor welk deel van de verrichting de prestatiekenmerken gelden.

In het onderdeel "uitloogonderzoek" worden in principe allemaal methodebepaalde parameters onderzocht. Dit houdt in dat de methode conform de gedefinieerde verrichting dient te worden uitgevoerd.

De validatie dient te worden herhaald als de norm, waarop de betreffende verrichting is gebaseerd, is gewijzigd. In deze versie van AP04-U is een wijziging in de in 2004 herziene NEN 7375 overgenomen, waarbij het oplossend gedrag van een monster wordt bepaald door meting van het gehalte aan calcium in het eluaat in plaats van meting van het gehalte aan natrium en kalium. De consequentie van deze wijziging is dat de bepaling van calcium moet worden gevalideerd. Zie hiervoor AP04-E, prestatieblad E.XIX.



U4.1 Keuze van materialen en componenten voor de validatie

De prestatiekenmerken dienen bij voorkeur te worden bepaald op materialen die regulier in het betreffende laboratorium worden onderzocht. Anderzijds geldt dat er wel meetbare concentraties moeten uitlogen om de prestatiekenmerken te kunnen vaststellen. Materialen waarvan is gebleken dat dit over het algemeen geldt, zijn (voor wat betreft korrelvormige materialen) AVI-vliegas, AVI-bodemas, (sorteer) zeefzand en (zandige) grond. Voor wat betreft vormgegeven of monolitische materialen wordt aanbevolen om gebruik te maken van vliegas/cement-stabilisaat, kalkzandsteen met E-centrale vliegas of gele metselbaksteen. Hierbij kan zowel worden gekozen voor gecertificeerde referentiematerialen¹ als voor eigen materialen. De te analyseren componenten, waaruit kan worden gekozen, zijn ingedeeld in drie categorieën, zoals vermeld in tabel U4.1. Ten behoeve van het validatie-onderzoek kan een keuze worden gemaakt uit de genoemde componenten. Als randvoorwaarden gelden:

- in totaal dienen minimaal 4 componenten te worden gekozen;
- uit alle drie categorieën dient ten minste één component te worden gekozen;
- de in de eluaten gemeten concentraties van de gekozen elementen moeten bij

¹ Kalkzandsteen met E-vliegas wordt momenteel niet (meer) geproduceerd. Het lijkt daarom minder zinvol om dit product te gebruiken voor de validatie, omdat het materiaal in de nabije toekomst hoogst waarschijnlijk niet (meer) beschikbaar zal zijn, bijvoorbeeld voor de tweedelijns controle.

voorkeur minimaal op het niveau van 10 maal de aantoonbaarheidsgrens (AG) liggen.

Tabel U4.1 Componenten, waaruit kan worden gekozen m.b.t. het validatieonderzoek

Categorieën van componenten	Componenten, waaruit kan worden gekozen
Hoofdcomponenten	Ca, Br, Cl, F, SO ₄
Zware metalen	Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Sn, Zn
Amfotere elementen	As, Mo, Sb, Se, V, CN-tot, CN-vrij

Aanbevolen materiaal - component combinaties zijn:

AVI-vliegas	Ca, Cl, SO ₄ , Pb, Zn, Mo, Sb
AVI-bodemas	Ca, Cl, SO ₄ , Cu, Pb, Mo, Sb
(Sorteer)zeefzand	Ca, Cl, SO ₄ , Cr, Cu, Ni, Se,
(Zanderige) grond	Ca, Cl, Cu, Zn, As
Vliegas/cement-stabilisaat	Ca, Cl, SO ₄ , Ba, Mo, Se, V
Kalkzandsteen met E-vliegas	Ca, Cl, SO ₄ , Ni, Se, V
Metselbaksteen	SO ₄ , F, Cr, As, Mo, V

U4.2 Testprocedure en kwantificering van de prestatiekenmerken

Uitloogparameters zijn methodebepaalde parameters; de uitvoering van de proef, de methode, bepaalt hoeveel er uitloogt van de verschillende componenten.

Dit houdt tevens in dat het voor verrichtingen in dit onderdeel (uitloogonderzoek) moeilijker is om aan te tonen dat de verrichting "goed" wordt uitgevoerd. De enige prestatiekenmerken, die gekwantificeerd kunnen worden, zijn de

(intralaboratorium)reproduceerbaarheid en, in sommige gevallen, de herhaalbaarheid.

De kolomproef en diffusieproef duren zo lang, en bestaan uit zoveel onderdelen, dat het moeilijk is om deze onder strikte herhaalbaarheidscondities uit te voeren. De herhaalbaarheid en de intralaboratoriumreproduceerbaarheid komen in dat geval zo dicht bij elkaar te liggen, dat het niet zinvol is om ze beiden in het validatieprogramma op te nemen. Voor wat betreft de uitloogproeven wordt daarom alleen de intralaboratoriumreproduceerbaarheid als prestatiekenmerk in dit

Accreditatieprogramma opgenomen.

Daarnaast is het zo dat uitloogproeven nogal complexe verrichtingen zijn, in die zin, dat het meervoudige verrichtingen zijn. Uitloogproeven bestaan op z'n minst uit drie stappen, te weten de uitvoering van de proef zelf, de chemische analyse van het eluaat c.q. de eluaten en de berekening van de emissie. Dit laatste houdt in dat ook de methode van berekening moet worden gevalideerd. De validatie van de chemische analyses is nader uitgewerkt in het onderdeel Analyse van eluaten (AP04-E).



U4.2.1 Bepalen van de (intralaboratorium)reproduceerbaarheidsstandaardafwijking

Een uitloogproef (en dus ook de intralaboratoriumreproduceerbaarheid daarvan) bestaat in feite uit drie onderdelen, nl. de uitvoering van de uitloogproef zelf, de chemische analyse van de eluaten en de berekening van de emissie (al dan niet met behulp van een computerprogramma). Om te voorkomen dat in het validatie-onderzoek de intralaboratoriumreproduceerbaarheid van de hele uitloogproef teveel wordt beïnvloed door de onnauwkeurigheden in de chemische analyse, dienen de concentratieniveaus in de eluaten bij voorkeur minimaal op 10 maal de aantoonbaarheidsgrens te liggen. De uitloogproeven voor het bepalen van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking worden uitgevoerd op gecertificeerde referentiematerialen of op eigen referentiematerialen. Dit geldt eveneens voor de bepaling van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking van de pH en de geleidbaarheid.

Voer minimaal 7, maar bij voorkeur 10 uitloogproeven uit op gelijksoortige monsters. Vul de reproduceerbaarheidscondities zodanig in dat het toekomstig gebruik hiermee wordt gereflecteerd (representativiteit t.a.v. uitvoerders, apparatuur, atmosferische condities e.a.). Voer de uitloogproeven uit volgens de betreffende NEN-norm. Analyseer, conform AP04-E, alle eluaten in één meetserie op de uit tabel U4.1 gekozen componenten (in totaal ten minste vier; uit alle drie categorieën ten minste één). Bereken op basis van de meet- en analysegegevens de emissie. Bereken voor elk van de vier componenten de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking van de totale uitloogproef (dus inclusief analyse en berekening), conform NEN 7777/C1. Bereken ook voor de pH en de geleidbaarheid van de uitgevoerde metingen de intralaboratoriumreproduceerbaarheid.

Rapporteer, per component, de individuele uitloogwaarden (en voor de pH en de geleidbaarheid de individuele meetwaarden), het gemiddelde en de intralaboratoriumreproduceerbaarheid.

Criteria:

- De intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijkingen moeten voldoen aan de in het prestatieblad vermelde eisen.

Opmerking: Voor de afleiding van de in de prestatiebladen vermelde eisen t.a.v. de intralaboratoriumreproduceerbaarheid is voor een deel gebruik gemaakt van de gegevens uit het validatierapport (U7.2.1). Daarnaast is gebruik gemaakt van bij IWACO en TNO beschikbare gegevens. Voor zover ze zijn overgenomen uit het validatierapport, zijn het geen intralaboratoriumreproduceerbaarheden, maar herhaalbaarheden, waarbij de analyse-onnauwkeurigheid is opgeteld. Een nadere verantwoording van de opgenomen prestatiekenmerken is gegeven in bijlage 1.

Toelichting: Voor het bepalen van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid mag gebruik worden gemaakt van het controlemonster uit de tweedelijnscontrole.

U4.2.2 Validatie van berekeningsmethoden

Omdat de berekening van de emissie, op basis van de meet- en analyseresultaten, een wezenlijk onderdeel uitmaakt van de totale verrichting, is het van belang dat ook dit onderdeel van de verrichting wordt gevalideerd. Over het algemeen wordt gebruik gemaakt van computerrekenmodellen, zodat kan worden volstaan met na te gaan of de berekeningen goed worden uitgevoerd.

Ten behoeve van deze validatie van berekeningsmethoden is, voor de verrichtingen

waarvoor dat relevant is, een set van fictieve meetgegevens opgenomen als bijlage bij het prestatieblad. De verrichtingen, waarvoor de berekeningsmethode dient te worden gevalideerd, zijn:

- de beschikbaarheidsproef (U-I);
- de kolomproef (U-II);
- de diffusieproef (U-III).

Aan de hand van de set van fictieve meetgegevens dient voor de betreffende verrichtingen te worden aangetoond dat de emissies en andere grootheden worden berekend, zoals die worden vermeld in de bijlage bij de prestatiebladen.

De validatie van een berekeningsmethode dient te worden herhaald bij elke wijziging van de berekeningsmethode in de norm en bij elke (inhoudelijke) wijziging in het computerprogramma, dat wordt gebruikt voor het berekenen van de uitloging (emissie).

U4.3 Rapportage van validatiewerkzaamheden

Het validatie-onderzoek wordt afgesloten met een validatierapport/verslag. Dit validatierapport dient ook te bevatten een uitdraai van berekeningen, op basis van de fictieve meetgegevens. De conclusies van het onderzoek dienen relevant te zijn in relatie tot het validatieplan.

Van ieder uitgevoerd validatie-onderzoek moet volledige documentatie bij het accreditatie-onderzoek beschikbaar zijn.



U5 Kwaliteitsborging van een verrichting

De kwaliteitsborging van een verrichting is als volgt onderverdeeld:

- | | | |
|---------------------|---|--|
| Eerstelijnscontrole | - | Controle door de uitvoerenden van de verrichting zelf. |
| Tweedelijnscontrole | - | Controle binnen de organisatie van de instelling en onafhankelijk van de uitvoerenden. |
| Derdelijnscontrole | - | Onafhankelijke externe controle, ringonderzoeken. |

Toelichting: Ten tijde van het verschijnen van deze versie van AP04-U was het door het ontbreken van ringonderzoeken en gecertificeerde referentiematerialen niet mogelijk kwaliteitsborging door derdelijnscontrole te verrichten. Zolang dit het geval is, wordt derdelijnscontrole niet vereist.

De kwaliteitsborging van de instelling dient te zijn vastgelegd in eerste-, tweede- en derdelijns documenten, waarin de volgende aspecten dienen te worden ondergebracht:

- statistische controle van de kwaliteitsborging;
- afhandeling bij situaties van onbeheerste kwaliteit;
- gebruik c.q. bereiding van de monsters;
- verantwoordelijkheden van functionarissen.

De gedefinieerde eerste-, tweede- en derdelijnscontrole vormen géén additionele kwaliteitsborging maar de minimale kwaliteitsborging die dient te worden toegepast.

De in dit hoofdstuk beschreven kwaliteitsborging richt zich met name op de (standaard) uitloogproeven. Voor een aantal andere verrichtingen (binnen dit onderdeel uitloogonderzoek) gelden afwijkende c.q. aanvullende kwaliteitsborgingspunten. Deze worden nader gespecificeerd in hoofdstuk U6, waarin de verrichtingen en de daarbij behorende kwaliteitsborging nader worden beschreven.



U5.1 Eerstelijnscontrole

De eerstelijnscontrole bij uitloogonderzoek beperkt zich tot de kwaliteitscontrole tijdens de uitvoering van een verrichting. De eerstelijnscontrole wordt uitgevoerd conform NEN 6603.

U5.1.1 Controle van de temperatuur in het laboratorium

Bij de uitvoering van uitloogproeven is de temperatuur een parameter die van invloed is op de uitkomst van de proef. Het is daarom van belang dat de temperatuur in het laboratorium niet afwijkt van de "standaard"-temperatuur van 20 ± 2 °C. De temperatuur dient daarom regelmatig (minimaal 4 maal per dag), maar bij voorkeur continu te worden gemeten en geregistreerd.

Criterium:

- De temperatuur van het laboratorium mag niet langer dan gedurende maximaal 10% van de looptijd van de proef afwijken van het traject 18 - 22 °C.

U5.1.2 Controle van de percolatiesnelheid (kolomproef)

Tijdens de uitvoering van de kolomproef dient de percolatiesnelheid regelmatig te worden gecontroleerd, minimaal eens per twee dagen (of, in geval van een weekend, op vrijdag en maandag).

Toelichting: *Om een goed vaste stof / vloeistof contact te waarborgen, dient de percolatiesnelheid lager te zijn dan de hieronder weergegeven maximumwaarde. Daarnaast kan, door reacties in of met het monstermateriaal, de percolatiesnelheid in de loop van de tijd toe- of afnemen. Hiervoor dient te worden gecorrigeerd; in ieder geval voor toename van de percolatiesnelheid. Zie hiervoor de desbetreffende norm.*

Criterium:

- Het debiet van de pomp (in l/h) dient kleiner te zijn dan 0,025 maal de massa van het monster in de kolom (in kg droge stof).

U5.1.3 Controle kwaliteit demiwater

Voor het gebruik als uitloogvloeistof, dient de zuiverheid van het demiwater te worden vastgesteld. De vereiste zuiverheid van het te gebruiken demiwater (in termen van geleidbaarheid) is in de prestatiebladen vastgelegd.

Opmerking: Om achteraf afwijkingen te kunnen verifiëren is het aan te bevelen om van de te gebruiken uitloogvloeistoffen, per aan te maken hoeveelheid, monsters (blanco's) te nemen en deze te analyseren op koper en enkele andere, ten behoeve van het betreffende onderzoek te analyseren componenten.

U5.2 Tweedelijscontrole

Het laboratorium dient de performance van alle uitloogproeven en aanverwante verrichtingen te onderzoeken met een frequentie, zoals aangegeven in de prestatiebladen (minimaal 2 maal per jaar). Dit reguliere performance onderzoek wordt uitgevoerd met behulp van een tweedelijscontrolemonster, welke zo mogelijk onherkenbaar aan de uitvoerende(n) wordt aangeboden.

Bij de tweedelijscontrole dient bij voorkeur gebruik te worden gemaakt van materialen die regulier in het betreffende laboratorium worden onderzocht. Anderzijds geldt dat er wel meetbare concentraties moeten uitlogen om de prestatiekenmerken te kunnen vaststellen. Materialen waarvan is gebleken dat dit over het algemeen geldt, zijn (voor wat betreft korrelvormige materialen) AVI-vliegas, AVI-bodemas, (sorteer)zeefzand en (zandige) grond. Voor wat betreft vormgegeven of monolitische materialen wordt aanbevolen om gebruik te maken van vliegas/cement-stabilisaat, kalkzandsteen met E-centrale vliegas of gele metselbaksteen. Voor de tweedelijscontrole kan gebruik worden gemaakt van gecertificeerde referentiematerialen² of van eigen materialen. Bij het aanmaken van eigen materialen dient het materiaal te worden gedroogd (bij 40 °C), om te voorkomen dat het materiaal, qua uitloogeigenschappen, verandert in de tijd. Bij gebruik van een nieuw "eigen" materiaal dient opnieuw een eigen gemiddelde waarde te worden bepaald volgens U4.2.2.

De te analyseren componenten, waaruit kan worden gekozen, zijn ingedeeld in drie categorieën, zoals vermeld in tabel U5.1. Voor de tweedelijscontrole kan een keuze worden gemaakt uit de in tabel U5.1 genoemde componenten. Als randvoorwaarden gelden:

- in totaal dienen 4 componenten te worden gekozen;
- uit alle drie categorieën dient ten minste één component te worden gekozen;

² Momenteel zijn nog maar weinig bouwstoffen als referentiemateriaal beschikbaar. Kalkzandsteen met E-vliegas wordt op dit moment niet (meer) geproduceerd; het is daarom minder zinvol om dit materiaal te gebruiken voor de tweedelijscontrole.

- de in de eluaten gemeten concentraties van de gekozen elementen moeten bij voorkeur liggen op een niveau van minimaal 10 maal de aantoonbaarheidsgrens (AG).

Opmerking: De concentraties in de eluaten van de diffusieproef vertonen veelal een toename (door de keuze van verversingstijdstippen en doordat het uitloogproces soms minder snel op gang komt). De resultaten van diffusieproeven zijn bruikbaar voor tweedelijnscontrole als de in de laatste vier fracties gemeten concentraties groter zijn dan 10 maal de aantoonbaarheidsgrens.

Tabel U5.1 Componenten, waaruit kan worden gekozen m.b.t. de kwaliteitsborging

Categorieën van componenten	Componenten, waaruit kan worden gekozen
Hoofdcomponenten	Ca, Br, Cl, F, SO ₄
Zware metalen	Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Sn, Zn
Amfotere elementen	As, Mo, Sb, Se, V, CN-tot, CN-vrij

Aanbevolen materiaal - component combinaties zijn:

AVI-vliegas	Ca, Cl, SO ₄ , Pb, Zn, Mo, Sb
AVI-bodemass	Ca, Cl, SO ₄ , Cu, Pb, Mo, Sb
(Sorteer)zeefzand	Ca, Cl, SO ₄ , Cr, Cu, Ni, Se,
(Zanderige) grond	Ca, Cl, Cu, Zn, As
Vliegas/cement-stabilisaat	Ca, Cl, SO ₄ , Ba, Mo, Se, V
Kalkzandsteen met E-vliegas	Ca, Cl, SO ₄ , Ni, Se, V
Metselbaksteen	SO ₄ , F, Cr, As, Mo, V

Bij de tweedelijnscontrole wordt de v_{cw} getoetst. Hiervoor wordt gebruik gemaakt van een controlekaart. Bij elke controlebepaling wordt de performance getoetst aan de validatiegegevens van de instelling. Daarnaast wordt, éénmaal per 10 controlebepalingen, met een minimum van éénmaal per jaar, of bij het afsluiten van een controlekaart, de performance getoetst aan de in de prestatiebladen gestelde eisen. Indien de tweedelijnscontrole niet overeenkomt met de validatiegegevens en/of de in de prestatiebladen gestelde eisen, dient de instelling correctieve acties te ondernemen.

De tweedelijnscontrole wordt in de navolgende punten nader uitgewerkt.

U5.2.1 Controlekaarten

De controle van een verrichting met controlekaarten wordt uitgevoerd conform NEN 6603.

U5.2.2 Invullen van een controlekaart (NEN 6603)

Enemaal per 20 bepalingen, met een minimum van twee maal per jaar en een maximum van 6 maal per jaar voor de beschikbaarheids- en kolomproef en van 3 maal per jaar voor de diffusieproef, wordt de verrichting in enkelvoud, onder reproduceerbaarheidscondities uitgevoerd op een tweedelijnscontrolemonster. Het eluaat cq. de eluaten worden geanalyseerd op de gekozen componenten (minimaal 4).

Vervolgens worden de emissies berekend op de gebruikelijke manier.

Van elke controlebepaling (geen gemiddelde waarde van meerdere bepalingen) wordt de berekende waarde op een controlekaart aangegeven (voor elke component een aparte kaart).



U5.2.3 Toetsing op een controlekaart

De toetsing in het kader van de tweedelijnscontrole vindt per uitloogproef plaats op ten minste 4 componenten. Voor het signaleren van onbeheerste-kwaliteitsituaties worden alle componenten gezamenlijk beoordeeld. Hierbij geldt dat sprake is van onbeheerste kwaliteit ('out of control') in de volgende gevallen:

- indien voor 3 componenten de 2s-grens wordt overschreden;
- indien voor 1 component de 3s-grens wordt overschreden;
- indien voor 2 componenten tweemaal achter elkaar de 2s-grens aan dezelfde kant van het gemiddelde wordt overschreden;
- indien voor 2 componenten de berekende waarde voor de zesde achtereenvolgende keer aan dezelfde kant van het gemiddelde ligt.

Bij onbeheerste kwaliteit ('out of control') moeten achtereenvolgens de volgende maatregelen worden genomen:

- 1) er wordt een onderzoek ingesteld naar de oorzaak (hierin dienen alle drie stappen in de uitvoering van een uitloogproef worden betrokken);
 - de uitvoering van de uitloogproef zelf;
 - de chemische analyses van de eluaten;
 - de berekening van emissies;
- 2) na opheffing van de foutenbron wordt in ieder geval contact opgenomen met de opdrachtgevers van de uitloogproeven die zijn uitgevoerd sinds de vorige tweedelijnscontrole, met betrekking tot het eventueel opnieuw uitvoeren van (delen van) het onderzoek, en wordt verder naar bevind van zaken gehandeld.
- 3) bij constatering van onbeheerste kwaliteit als gevolg van 2 componenten waarbij de berekende 6 waarnemingen aan één kant van het gemiddelde liggen, moet de oorzaak van de verschuiving direct worden onderzocht. Als het probleem niet kan worden opgelost (geen oorzaak bekend of niet op te heffen), wordt de controlekaart direct afgesloten en de kaarten worden samengevoegd, zoals beschreven in NEN 6603.

Opmerking: Het verdient aanbeveling om de tweedelijnscontrole van de uitloogproeven te laten samenvallen met de eerste of tweedelijnscontrole van de eluaatanalyses, om zodoende meteen inzicht te verkrijgen in de mate waarin de onnauwkeurigheid in de uitloogproeven wordt veroorzaakt door onnauwkeurigheid in de chemische analyse van de eluaten.

U5.3 Derdelijnscontrole

De instelling dient voor elke geaccrediteerde verrichting per jaar, indien mogelijk, aan minimaal één ringonderzoek deel te nemen. Het berekenen van de emissie uit de analyseresultaten dient deel uit te maken van een dergelijk ringonderzoek.

De resultaten van een ringonderzoek worden op onderstaande wijze geëvalueerd. Per parameter wordt de z-score berekend volgens:

$$z_i = \frac{x_i - x_{ref}}{s}$$

Waarin :

- x_i meetwaarde i
- x_{ref} de toegekende waarde (zie NEN-ISO 13528)



Indien het aantal deelnemers aan het ringonderzoek groter dan 6 is dan wordt standaardafwijking, s , vastgesteld volgens:

$$S_{W,eis} > S_{ring} \rightarrow S = S_{W,eis}$$

$$S_{W,eis} < S_{ring} \rightarrow S = S_{ring}$$

waarin :

$S_{W,eis}$ de eis ten aanzien van de intralaboratoriumreproduceerbaarheidstandaardafwijking;
 S_{ring} de standaardafwijking van meetwaarden in het ringonderzoek.

Als het aantal deelnemers kleiner is dan zes, dan kan het ringonderzoek alleen worden benut voor toetsing van de bias of terugvinding, als de ware waarde van het monstermateriaal bekend is. Als de ware waarde niet bekend is, dan moet het ringonderzoek als niet zinvol worden geacht en kan het niet worden benut voor toetsing. Alleen voor de componenten met een niveau dat hoger is dan 5 maal de vastgestelde AG worden de z waarden berekend en beoordeeld. Het resultaat van een component of groepscomponent is significant afwijkend van de toegekende waarde indien:

- De absolute waarde van de z -score voor één van de waarnemingen groter dan 3 is ($|z| > 3$).
- Een ringonderzoek dat uit 1 of 2 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waardes van de z -scores van één specifieke component voor meer dan 2 monsters in de laatste twee ringonderzoeken of voor 2 monsters binnen het laatste ringonderzoek, groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.
- Een ringonderzoek dat uit 3 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waardes van de z -scores van één specifieke component voor meer dan 2 monsters binnen de laatste twee ringonderzoeken of binnen één van deze ringonderzoeken – groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.
- Een ringonderzoek dat uit 4 monsters bestaat van dezelfde matrix, waarbij de absolute waardes van de z -scores van één specifieke component voor meer dan 3 monsters binnen de laatste twee ringonderzoeken of voor meer dan 2 monsters binnen één van deze ringonderzoeken – groter dan 2 is en aan dezelfde kant van het gemiddelde liggen.

In onderstaande tabel zijn ter verduidelijking de grensgevallen ingevuld. Ten eerste wordt een toetsing uitgevoerd op het laatste ringonderzoek. Daarbij dient het maximum aantal overschrijdingen lager te zijn dan hetgeen is gegeven in kolom 2 en kolom 3. Indien binnen het laatste ringonderzoek of het één na laatste ringonderzoek geen significante afwijking is geconstateerd, dan worden vervolgens de laatste twee onderzoeken getoetst aan de eisen die gegeven zijn in kolom 2 en 3.

De in de tabel gegeven volgorde is willekeurig gekozen en is niet van belang bij de toetsing op een significante afwijking. Het gaat bij de beoordeling alleen om het aantal overschrijdingen en van welke type (II of III) deze zijn.



Tabel Criteria voor de beoordeling van ringonderzoeken¹

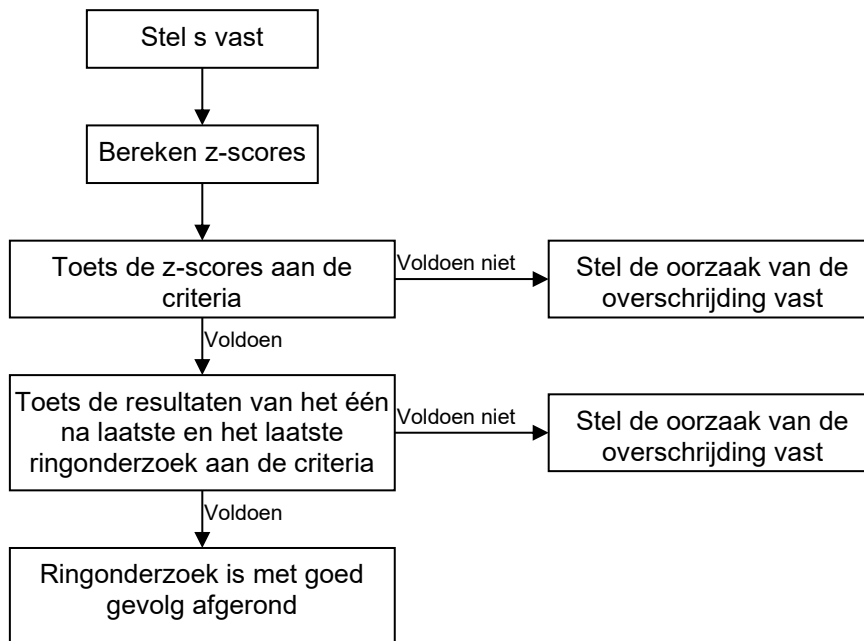
Aantal te beoordelen monsters	Eén ringonderzoek	
	Toegestaan ²	Niet toegestaan ³
1	II	III
2	I, II	II, II
		I, III
3	I, II, II	II, II, II
		I, I, III
4	I, I, II, II	I, II, II, II
		I, I, I, III
5	I, I, I, II, II	I, I, II, II, II
		I, I, I, I, III
6	I, I, I, I, II, II	I, I, I, II, II, II
		I, I, I, I, I, III
7	I, I, I, I, I, II, II, II	I, I, I, I, II, II, II, II
		I, I, I, I, I, I, III
8	I, I, I, I, I, II, II, II	I, I, I, I, II, II, II, II
		I, I, I, I, I, I, I, III

¹) **I** = $|z| < 2$ sigma (gehalte ligt in het 95% betrouwbaarheidsgebied), **II** = $2 \text{ sigma} < |z| < 3 \text{ sigma}$ (gehalte ligt buiten het 95% betrouwbaarheidsgebied) en **III** = $|z| > 3 \text{ sigma}$ (een overschrijding stel oorzaak vast); ²) z-scores per parameter die binnen één ringonderzoek zijn toegestaan; ³) z-scores per parameter waar vanaf de oorzaak van de afwijking moet worden vastgesteld.

Bij het beoordelen van de tabel en het vaststellen of het laboratorium tijdig actie heeft ondernomen moet rekening worden gehouden met de rapportagetijd van de ringonderzoeken. Het kan voorkomen dat ringonderzoek n pas wordt gerapporteerd als de resultaten van ringonderzoek n+1 al zijn ingestuurd. Pas na het insturen van ringonderzoek n+2 kan dan worden vastgesteld of de resultaten voor een bepaalde component in zowel ringonderzoek n als in ringonderzoek n+1 afwijkingen gaven. Het is daarbij mogelijk dat ook in ringonderzoek n+2 (dat al is ingestuurd) zich dezelfde afwijking voordoet zonder dat het laboratorium kan worden verweten dat het niet tijdig actie heeft ondernomen.



In het volgende processchema is het een en ander ter verduidelijking grafisch weergegeven.



Figuur Stappenschema toetsing ringonderzoek resultaten

Wanneer een resultaat significant afwijkt, dient het laboratorium de mogelijke oorzaak te onderzoeken.

Tijdens dit onderzoek dienen de volgende punten aan de orde te komen:

- analyseer het kwaliteitsprobleem, gebaseerd op de resultaten van vorige succesvolle ringonderzoeken, interne data van de kwaliteitsborging en de relevante metingen;
- maak een plan voor correctieve acties;
- leg uitvoering van de correctieve actie(s) vast;
- controleer of de correctieve actie succesvol is / was.



U6 Technische beschrijving en kwaliteitsborging van de verrichtingen

U6.1 Matrix van verrichtingen en materiaalgroepen

Bepaalde combinaties van uitloogproeven (verrichtingen) en materialen zijn problematisch voor wat betreft de uitvoering. In deze paragraaf wordt hierop nader ingegaan.

In paragraaf U6.2 zijn de prestatiebladen opgenomen voor de verrichtingen uit het onderdeel Uitloogonderzoek van het Accreditatieprogramma voor keuringen van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Dit zijn:

- bepalen van de beschikbaarheid van anorganische componenten;
- bepalen van de emissie onder aerobe omstandigheden van anorganische componenten d.m.v. de kolomproef;
- bepalen van de emissie onder anaerobe omstandigheden van anorganische componenten d.m.v. de kolomproef;
- bepalen van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de diffusieproef;
- Verkorte uitloogproef voor korrelvormige afvalstoffen;
- meten van de pH in eluaten;
- meten van de geleidbaarheid in eluaten;

Voor de volgende ondersteunende activiteiten zijn instructiebladen opgenomen:

- conserveren van eluaten.
- het coaten van dunne, gezaagde of geglazuurde proefstukken, conform de informatieve bijlage C van NEN 7375;

Ten aanzien van de kolomproef onder aerobe omstandigheden is niet de standaardproef (conform de NEN 7373) opgenomen, maar de meest gebruikte, daarvan afgeleide verkorte versie conform NEN 7383. De eluaat-fracties worden in dat geval niet alle 7 apart opgevangen en geanalyseerd (zoals NEN 7373 voorschrijft). Het eluaat wordt in twee fracties opgevangen (tot en met $L/S = 1$ en van $L/S = 1$ tot en met $L/S = 10$). Deze beide fracties worden apart geconserveerd. De beide fracties kunnen apart worden geanalyseerd of worden op basis van de L/S -verhouding gezamenlijk geanalyseerd. In het prestatieblad wordt de vrijheid gelaten om de beide eluaat-fracties apart te analyseren. Ook is het uiteraard mogelijk om, ten behoeve van karakteriseringsonderzoek, alle zeven fracties apart op te vangen en te analyseren (conform de NEN 7373). Het berekeningsschema dient in deze gevallen hierop te worden aangepast.

Voor de kolomproef onder anaerobe omstandigheden is alleen NVN 7384 beschikbaar. Het eluaat wordt in twee fracties opgevangen (tot en met $L/S = 1$ en van $L/S = 1$ tot en met $L/S = 10$). Deze beide fracties worden apart geconserveerd. De beide fracties worden op basis van de L/S -verhouding gezamenlijk geanalyseerd.

De materiaalgroepen, waarop de verrichtingen kunnen worden uitgevoerd, kunnen als volgt worden ingedeeld:

- slibben (inclusief baggerspecie);
- uithardende poeders en gipsen;
- overige poeders en fijn- en grofkorrelige materialen;
- "nette" producten en monolieten;
- overige producten en monolieten (dit kunnen zijn: dunne producten, geglazuurde

producten, producten die zijn gezaagd en monolieten die gedeeltelijk een onregelmatig oppervlak hebben (kortom, alle producten die t.b.v. de uitvoering van de diffusieproef moeten worden gecoat).

Met slibben en uithardende poeders en gipsen treden vaak problemen op bij uitvoering van de uitloogproeven en bij filtratie van de eluaten. In de tijdelijke vrijstellingsregeling Bouwstoffenbesluit 2004 is voor slecht doorlaatbare materialen vrijstelling van de immissie eisen opgenomen indien de kolomproef in 28 dagen L/S=2 niet heeft bereikt. Indien uit extrapolatie van de flow blijkt dat L/S=2 niet gehaald kan worden, rapporteert het lab dat de proef niet binnen het tijdsbestek van 28 dagen kan worden afgerond. Indien de L/S verhouding na 28 dagen tussen de 2 en 10 ligt dient de bepaalde emissie conform deze vrijstellingsregeling te worden geëxtrapolerd naar emissiewaarde voor L/S=10.

Bij producten en monolieten met onregelmatige oppervlakken is het vaak moeilijk om geometrisch oppervlak op een eenduidige manier te bepalen. In dat geval kan ervoor worden gekozen om een deel van het oppervlak te coaten en alleen de meest regelmatige oppervlakken aan de diffusieproef te onderwerpen.

Op basis van het bovenstaande is een verrichtingen/materiaalgroepen-matrix opgesteld en weergegeven als tabel U6.1. Bij het opstellen van de matrix is geen rekening gehouden met probleemgevallen m.b.t. de uitloging van specifieke componenten of componentgroepen. Dit betreft namelijk "slechts" specifieke gevallen. De tabel heeft uitsluitend betrekking op bouwstoffen. Voor korrelvormige afvalstoffen dient altijd de schudproef conform NEN-EN 12457-4 te worden uitgevoerd.



Tabel U6.1 Verrichtingen / materiaalgroepen matrix

	Slibben	Uithardende poeders en gipsen	Overige poeders en fijn- en grofkorrelige materialen	"Nette" producten en monolieten	Overige producten en monolieten	AVI-bodemas
Metten pH in eluaten	O	O	O	O	O	O
Metten geleidbaarheid in eluaten	O	O	O	O	O	O
Conserveren eluaten	O	O	O	O	O	O
Beschikbaarheidsproef	!	O	O	O	O	O
Kolomproef (aeroob)	!	X	O	-	-	O
Kolomproef (anaeroob)	?	?	?	?	?	O
Diffusieproef	-	-	-	O	!	-
Diff.pr.; coaten oppervlakken	-	-	-	-	!	-

- = Is niet van toepassing.
- O = Kan zonder problemen worden uitgevoerd door "standaard" laboratorium.
- ! = Vereist specifieke expertise of vaardigheid.
- X = Uitvoering van de proef is technisch niet mogelijk.
- ? = Geschiktheid nog in onderzoek (zie Voorwoord NVN 7384).

U6.2 Prestatiebladen

Prestatieblad U.I Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de kolomproef (aerobe omstandigheden)

Beginssel

De kolomproef (conform NEN 7383) heeft als doel de uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen in aëroob milieu te simuleren, als functie van de LS-waarde, over een traject variërend van 0,1 tot 10 liter per kg droge stof. In dit Accreditatieprogramma wordt een hiervan afgeleide kolomproef opgenomen, die alleen de cumulatieve uitloging bepaalt bij een L/S van 10 l/kg.

Een hoeveelheid verkleind materiaal (95% \leq 4 mm) wordt in een verticaal opgestelde kolom gebracht. Gedurende ca. drie weken wordt deze kolom met een lage snelheid van onderuit doorstroomd met demiwater. Het eluaat wordt opgevangen in twee fracties met elk een specifiek volume. Meteen nadat de afzonderlijke eluaatfracties zijn opgevangen, worden ze gefiltreerd, worden de pH en de geleidbaarheid gemeten (volgens respectievelijk U-IV en U-V) en worden de eluaten geconserveerd (volgens U-VI). Daarna worden de eluaten **in de juiste volumeverhoudingen** samengevoegd en wordt dit mengeluaat op de gewenste componenten geanalyseerd.

Opmerking: Het is ook toegestaan om de eluaatfracties (bij L/S = 1 en L/S = 10) afzonderlijk te analyseren.

Daarnaast is het toegestaan (bijvoorbeeld ten behoeve van karakteriseringsonderzoek) alle 7 eluaatfracties apart op te vangen en te analyseren (conform NEN 7373).

In beide gevallen dient het berekeningsschema hierop te worden aangepast.

Op basis van de meet- en analyseresultaten wordt de cumulatief uitgeloopte hoeveelheid (emissie) van elke geanalyseerde component berekend (in mg/kg droge stof). Voor de berekeningen wordt gebruik gemaakt van de rekenformules, zoals vermeld in NEN 7383.

Toepassingsgebied

Van het toepassingsgebied van deze verrichting worden, in het kader van dit Accreditatieprogramma, uitgesloten slibben en uithardende poeders en gipsen. (De uithardende poeders en gipsen kunnen niet worden onderzocht m.b.v. de kolomproef, terwijl zich bij de uitvoering van de proef op slibben problemen kunnen voordoen m.b.v. de filtratie, zie U6.1). Overigens geldt ook voor kleien dat zich problemen kunnen voordoen in verband met een slechte doordringbaarheid van het materiaal.

Bij de validatie van deze verrichting is gebruik gemaakt van de volgende materialen: AVI-vliegas, E-bodemas en AVI-bodemas.

Te bepalen / berekenen grootheden

- De pH en de geleidbaarheid van de eluaat-fracties.
- Per component, de berekende cumulatief uitgeloopte hoeveelheid (cumulatieve emissie bij L/S = 10), in mg/kg droge stof.



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met kolomproef

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Deeltjesgrootte

Verrichting

Afmetingen kolom

Eluaatbemonstering

Bewaartermijn eluaten

Meting pH

Meting geleidbaarheid

Conservering eluaten

Samenvoeging eluaten

(na conservering)

Overdracht eluaten

Bouwstof / grond

SIKB-protocollen

AP04-V

± 0,5 liter (bij gebruik kolom met diameter 5 cm en hoogte 20 cm)

95% ≤ 4 mm

NEN 7383 (eventueel NEN 7373)

Diameter 5 cm en hoogte ≥ 20 cm

Bij $LS_{\text{droge stof}} = 1,0$ en $10,0$ l/kg¹⁾

SIKB-protocol 3001

Zie U-IV

Zie U-V

Zie U-VI

naar verhouding tot 1 mengeluaat (L/S = 10)²⁾

Zie NEN 5861

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Reguliere kwaliteitsborgingspunten (Zie Hst. U5.1)

Temperatuur laboratorium

Geleidbaarheid demi-water

Percolatiesnelheid

Tussen 18 en 22 °C

< 1 μS/cm

regelmatige controle op juiste snelheid (pompdebiet (in l/h) < 0,025 * massa in kolom (in kg droge stof), zie U5.1.2

Aandachtspunten

Regelmatige controle balansen en bovenwegers op bias (< 1%)

Indien ook cyanide moet worden bepaald in de eluaten, dient het eluaat in bruine flessen te worden opgevangen (om afbraak van complexgebonden cyanide door UV-straling te voorkomen).

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

1 * per 20 bepalingen (met een minimum van 2 * per jaar en een maximum van 6 * per jaar)

Controlemonster

Analyten

korrelvormig, anorganisch materiaal (zie hst. U5.2)

keuze van 4 componenten (concentraties > 10 * AG), zie hst. U5.2

Eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt vc_w ³⁾

hoofdcomponenten

zware metalen

amfotere elementen

< 12 %

< 19 %

< 23 %

¹⁾ het is ook toegestaan om alle zeven eluaatfracties afzonderlijk te bemonsteren (conform NEN 7373)

²⁾ het is ook toegestaan om beide eluaatfracties afzonderlijk te analyseren

³⁾ de opgegeven waarden zijn inclusief de chemische analyse van de betreffende component.



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met kolomproef

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens

3*AG

Organiserend bureau

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Ringonderzoek **inclusief** analyse van de eluaten en uitvoering van de berekeningen, **tenzij** deze onderdelen separaat, maar wel gelijktijdig, middels ringonderzoeken worden gecontroleerd

Referentiematerialen

Monsters van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium
(NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde

Set van fictieve meetgegevens en daarop gebaseerde rekenresultaten

Meetgegevens

Massa ingewogen monster (niet gedroogd) 0,44 kg

Vochtgehalte monster (bepaald bij 105 °C) 10,0 %

Volume opgevangen fractie 1 0,40 l

Volume opgevangen fractie 2 3,60 l

Gemeten concentratie in mengeluaat (µg/l) Element 1 78

Element 2
< 15

Rekenresultaten

L/S-verhouding fractie 1 1,01 l/kg

L/S-verhouding fractie 2 9,09 l/kg

Cumulatieve L/S-verhouding totale proef 10,1 l/kg

Cumulatieve emissie (mg/kg droge stof) Element 1 0,79

Element 2
0 - 0,15



Prestatieblad U.II Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de diffusieproef

Beginsel

De diffusieproef (conform NEN 7375) heeft als doel de uitloging van anorganische componenten uit vormgegeven en monolitische materialen te simuleren, als functie van de tijd.

In de proef wordt een intact product of monoliet gedurende 64 dagen in demiwater gelegd in een L/V-verhouding van 2 tot 5 l/l productvolume³. Het demiwater wordt verversst volgens een vastliggend verversingsschema (op 0,25; 1; 2,25; 4; 9; 16 en 36 dagen na de start). De proef wordt gestopt na 64 dagen.

Na filtratie worden de pH en de geleidbaarheid van de eluaten gemeten (respectievelijk volgens U-IV en U-V) en worden de eluaten geconserveerd (volgens U-VI). Daarna worden de eluaten op de gewenste componenten geanalyseerd.

Uit de meetwaarden en analyseresultaten wordt, per component, een emissie na 64 dagen berekend op basis van een diffusiebepaalde uitloging en uitgedrukt in mg component per m² productoppervlak. Indien het product als zodanig wel volgens het diffusiemechanisme uitloogt, maar de uitloging van bepaalde componenten niet diffusiebepaald is, dient een bovenafschatting te worden gegeven van de emissie, afhankelijk van zich voordoende neveneffecten. De werkwijze hiervoor wordt gegeven in dit prestatieblad onder "Set van fictieve meetgegevens en daarop gebaseerde rekenresultaten". Indien het materiaalbedrag van het proefstuk (op basis van paragraaf 9.3.3 van NEN 7375) oplosgedrag vertoont, kan geen beoordeling aan het Besluit Bodemkwaliteit plaatsvinden met de diffusieproef.

Toepassingsgebied

Het toepassingsgebied van deze verrichting betreft materialen die niet in oplossing gaan tijdens de uitvoering van de proef. In NEN 7375 worden criteria hiervoor gegeven in paragraaf 9.3.3.



³ Voor gecoate producten en monolieten geldt dat de hoeveelheid uitloogvloeistof wordt bepaald aan de hand van het te onderzoeken oppervlak van het proefstuk (en niet aan de hand van het volume van het proefstuk). Het te onderzoeken oppervlak is dat deel van het oppervlak van het proefstuk, dat niet is gecoat. De vloeistof/oppervlak (= L/A-) verhouding is 50 tot 200 liter per m² niet gecoat productoppervlak. Bij de uitvoering van de berekeningen dient voor A steeds het niet afgedekte productoppervlak te worden ingevuld (en niet het totale productoppervlak).

Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

Te bepalen / berekenen grootheden

- De pH en de geleidbaarheid van de eluaat-fracties.
- De richtingscoëfficiënten met bijbehorende standaardafwijkingen van alle (vier) trajecten in de emissie/tijd-grafiek.
- Uitloogmechanisme van het proefstuk.
- De berekende cumulatieve emissie over 64 dagen van die componenten waarvan de afgifte diffusie-gecontroleerd is verlopen, uitgedrukt in mg/m^2 niet gecoat productoppervlak.
- voor componenten waarvan de uitloging niet diffusiebepaald is, dienen de volgende grootheden te worden berekend:
 - de gemeten cumulatieve emissie over 64 dagen, uitgedrukt in mg/m^2 (niet gecoat) productoppervlak;
 - de oorzaak van het niet kunnen vaststellen van een diffusiebepaalde uitloging (zie in dit prestatieblad onder "Set van fictieve meetgegevens en daarop gebaseerde rekenresultaten");
 - de periode waarover de bovengrens voor uitloging wordt berekend (bijvoorbeeld 64 dagen of 100 jaar (t.b.v. het Besluit Bodemkwaliteit/Regeling Bodemkwaliteit));
 - de berekende bovengrens van de emissie.

Indien ook de beschikbaarheidsproef is uitgevoerd, dienen ook hiervan de effectieve diffusiecoëfficiënten (in m^2/s) en de negatieve logaritme te worden berekend (voor zover de componenten een diffusiegecontroleerde afgifte vertonen).

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Afmeting van het product

Verrichting

L/V-waarde

Eluaatbemonstering

Bewaartermijn eluaten

Meting pH

Meting geleidbaarheid

Conservieren eluaten

Overdracht eluaten

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Reguliere kwaliteitsborgingspunten

(Zie Hst. U5.1)

Temperatuur laboratorium

Geleidbaarheid demi-water

Aandachtspunten

Regelmatige controle balansen en bovenwegers op bias (< 1%)

Indien ook cyanide moet worden bepaald in de eluaten, dient de proefopstelling zoveel mogelijk te worden afgeschermd tegen invallen (zon)licht (om afbraak van complexgebonden cyanide door UV-straling te voorkomen). De eluaten dienen in dat geval zo snel mogelijk te worden geconserveerd.

Bouwstof / monoliet

SIKB-protocollen

AP04-V

bij voorkeur 2 producten / monolieten

minimale afmeting van 4 x 4 x 4 cm (zo niet, dan dient het product cq. de monoliet gedeeltelijk te worden gecoat, zie U-VII)

NEN 7375

5 l uitloogvloeistof / 1 monster

0,25; 1,0; 2,25; 4; 9; 16; 36 en 64 dagen na de start

NEN-EN-ISO 5667-3

Zie U-IV

Zie U-V

Zie U-VI

Zie NEN 5861

Tussen 18 en 22 °C

< 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

1 * per 20 bepalingen (met een minimum van 2 * per jaar en een maximum van 6 * per jaar)

Controlemonster

Analyten

Vormgegeven anorganische bouwstof (zie hst. U5.2)
keuze van 4 componenten (concentraties > 10 * AG), zie
hst. U5.2

Eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt vc_w ²⁾

Hoofdcomponenten	< 12 %
Zware metalen	< 18 %
Amfotere elementen	< 17 %

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens

3*AG

Organiserend bureau

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Ringonderzoek **inclusief** analyse van de eluaten en uitvoering van de berekeningen, **tenzij** deze onderdelen separaat, maar wel gelijktijdig, middels ringonderzoeken worden gecontroleerd

Referentiematerialen

Monsters van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium
(NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde

¹⁾ de opgegeven waarden zijn inclusief de chemische analyse van de betreffende component.

Werkwijze voor het berekenen van de bovengrens van de emissie

De hierna beschreven werkwijze is van toepassing op situaties, waarin (conform NEN 7375) wordt vastgesteld dat het product als zodanig wel volgens het diffusiemechanisme uitloopt, maar het diffusiebepaald zijn van een component niet kan worden vastgesteld. Het niet kunnen vaststellen van diffusiebepaalde uitloping van deze component kan worden veroorzaakt door o.a. de volgende oorzaken:

- 1 De gemeten concentraties zijn te laag, waardoor de concentratiefactor kleiner is dan 1,5.
- 2 Er is in het begintraject sprake van afspoeling (van de betreffende component), waarna vervolgens de gemeten concentraties te laag zijn om diffusiegecontroleerd gedrag vast te stellen. Dit gedrag wordt gekenmerkt door een relatief hoge concentratiefactor ($\geq 1,5$ en $rc < 0,35$) op het begintraject (fracties 1 - 4) en een lage concentratiefactor ($< 1,5$) op het eindtraject (fracties 5 - 8).
- 3 Er is sprake van schijnbare uitputting, ten gevolge van de aanwezigheid van meerdere chemische vormen (speciaties). Dit gedrag kenmerkt zich door een lage richtingscoëfficiënt ($rc < 0,35$ en $CF \geq 1,5$) op tenminste twee van de trajecten 2-5 en/of 3-6 en/of 4-7 en/of 5-8.
- 4 Er is sprake van het in oplossing gaan van de betreffende component. Dit is het geval als de richtingscoëfficiënt over het gehele traject (fracties 2 - 7) hoog is ($> 0,65$).
- 5 Er doet zich een grote spreiding in meetresultaten voor, waardoor de standaardafwijking in de richtingscoëfficiënt over de deeltrajecten 3-6, 4-7 en 5-8 groter is dan 0,5.



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

Voor het berekenen van een bovenafschatting van de emissie dient de hiernavolgende werkwijze te worden gevolgd:

De berekeningen worden uitgevoerd op basis van de gemeten cumulatieve uitloging over 64 dagen (over alle 8 fracties). Dit wordt in NEN 7375, in paragraaf 9.2.1 aangeduid met ϵ_8^* , waarbij de 8 duidt op cumulatie over 8 fracties, en de * aangeeft dat het om gemeten waarden gaat (en niet om berekende). ϵ_8^* wordt bepaald volgens 9.1 en 9.2.1 (van NEN 7375), waarbij in 9.1, formule (3) voor c_i wordt ingevuld $c_i =$ rapportagegrens, indien de concentratie van een component in een bepaalde fractie lager is dan de rapportagegrens.

De berekening van de bovengrens voor de uitloging over een bepaalde periode van T dagen (ϵ_T) wordt in de verschillende situaties uitgevoerd met behulp van de formules in onderstaande tabel. In deze tabel zijn tevens de verschillende criteria vermeld. Dit is beschreven in paragraaf 9.6 van NEN 7375. De criteria dienen in de weergegeven volgorde te worden nagegaan.

Omschrijving van de situatie	Criteria:	Formule voor berekening ϵ_T :
1. Gemeten concentraties te laag	$CF_{1-8} < 1,5$	$\epsilon_T = \epsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)}$
2. Afspoeling in eerste twee stappen, daarna gemeten concentraties te laag	$CF \geq 1,5$ en $rc < 0,35$ voor eerste traject (1 - 4) + $CF < 1,5$ voor traject (5 - 8)	$\epsilon_T = \epsilon_{1-2}^* + \epsilon_{3-8}^* \times ((\sqrt{T}-\sqrt{1})/(\sqrt{64}-\sqrt{1}))$
3. Schijnbare uitputting of verschillende chemische vormen	$rc < 0,35$ en $CF \geq 1,5$ voor ten minste twee van de trajecten 2-5 en/of 3-6 en/of 4-7 en/of 5-8	$\epsilon_T = \epsilon_{1-2}^* + \epsilon_{3-8}^* \times ((\sqrt{T}-\sqrt{1})/(\sqrt{64}-\sqrt{1}))$
4. Oplossen over het traject 2-7	$rc > 0,65$ voor traject 2 - 7	$\epsilon_T = 2 \times \epsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)}$
5. Grote spreiding in alle deeltrajecten	$sd_{rc} > 0,5$ voor deeltraject 3-6, 4-7 en 5-8	$\epsilon_T = 5 \times \epsilon_{1-8}^* \times \sqrt{(T/64)}$



Opmerking: Overigens kan algemeen worden gesteld dat de emissie op tijdstip T niet hoger kan zijn dan de maximale emissie op basis van de beschikbaarheidsproef (ϵ_b). Deze emissie wordt berekend met de volgende formule:

$$\epsilon_b = U_{bes} \times \rho \times d$$

waarin:

- ϵ_b de voor uitloging beschikbare hoeveelheid van een component in het te beoordelen object is, in mg droge stof per m²;
- U_{bes} de volgens NEN 7371 voor uitloging beschikbare hoeveelheid van die component is, in mg/kg droge stof;
- ρ de volumieke massa van het proefstuk, in Kg droge stof per m³;
- d de dikte van de te beoordelen bouwstof in de beoogde toepassing, in m.

Hierbij gaat het dus uitdrukkelijk niet om de massa en het oppervlak van het proefstuk of product dat in de uitloogproef is onderzocht, maar om de massa en het oppervlak van het in de praktijk te beoordelen toepassing.

Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

Set van fictieve meetgegevens en daarop gebaseerde rekenresultaten

Meetgegevens

Afmetingen proefstuk 155 * 155 * 150 mm
Massa proefstuk 5,000 kg

Rekenresultaten

Oppervlak proefstuk 0,141 m²
Dichtheid proefstuk (op droge stof basis) 1387,7 kg/m³
Volume uitloogvloeistof 18 liter

Bepaling of de matrix oplost

Gegevens voor criterium I en II

Trajectnummers	Tijdstip monsterneming (d)	pH	EC (μS/cm)
1	0,25	7,60	200
2	1,00	7,56	210
3	2,25	7,60	250
4	4,00	7,65	240
5	9,00	7,80	510
6	16,0	7,64	525
7	36,0	7,84	1120
8	64,0	7,95	1210

Criterium I

$$S_{7-8} > 1,5 * V_p/V + 10^{(pH_{7-8}-11,75)} + 10^{(2,5-pH_{7-8})}$$

$$S_{7-8} = 1,17$$

$$1,5 * V_p/V + 10^{(pH_{7-8}-11,75)} + 10^{(2,5-pH_{7-8})} = 0,30$$

Voldoet, ga naar criterium 2

Criterium II

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

$$S_{7-8} = 1,17$$

$$2 * S_{5-6} = 1,04$$

Voldoet, Ca, Cl en SO₄ analyseren, ga naar criterium III



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

Gegevens voor criterium III

Trajectnummers	Tijdstip monster- neming (d)	Gemeten concentraties, in µg/l		
		Ca	Cl	SO ₄
1	0,25	880	1100	190
2	1,00	200	300	220
3	2,25	260	300	210
4	4,00	160	610	200
5	9,00	570	1300	300
6	16,0	520	1400	300
7	36,0	600	2400	300
8	64,0	370	2200	300
Onderste bepalingsgrens		15	15	15

Criterium III

Voor ten minste 2 van 3 componenten (Ca, Cl, SO₄):
 CF₅₋₈ > 3,0 en rc₅₋₈ > 0,8

	Ca	Cl	SO ₄
CF ₅₋₈	34,3	121,7	20,0
CF ₅₋₈ > 3,0	ja	ja	ja
rc ₅₋₈	-0,089	0,400	0,073
rc ₅₋₈ > 0,8	nee	nee	nee
CF ₅₋₈ > 3,0 en rc ₅₋₈ > 0,8	nee	nee	nee

Voldoet niet, matrix lost niet op.



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

Fractie	Tijdstip monsterneming (d)	Gemeten concentraties, in µg/l						
		elem. 1 ¹⁾	elem. 2 ¹⁾	elem. 3 ¹⁾	elem. 4	elem. 5	elem. 6	elem. 7
1	0,25	880	1100	190	800	930	250	1,0
2	1,00	200	300	220	980	980	450	0,60
3	2,25	260	300	210	1200	1200	400	0,60
4	4,00	160	610	200	1200	1200	430	0,71
5	9,00	570	1300	300	2200	2200	650	1,5
6	16,0	520	1400	300	1800	10000	650	2,0
7	36,0	600	2400	300	2500	10000	1000	1,3
8	64,0	370	2200	300	2000	10000	1200	1,4

rapportagegrens		15	15	15	500	15	10	0,1
Beschikbaarheid (in mg/kg)		28	300	53	7500	7500	140	3,4

¹⁾ Deze drie elementen worden gebruikt om na te gaan of het product geen oplosgedrag vertoont (criterium 3 paragraaf 9.3.3 NEN 7375).

Fractie	Tijdstip monsterneming (d)	Gemeten concentraties, in µg/l				
		elem. 8	elem. 9	elem. 10	elem. 11	elem. 12
1	0,25	0,60	3,0	10	800	0,10
2	1,00	0,41	0,3	30	980	0,20
3	2,25	0,41	< 0,1	50	1500	0,10
4	4,00	0,41	< 0,1	50	2000	2,0
5	9,00	0,41	< 0,1	40	4000	0,20
6	16,0	0,41	< 0,1	15	10000	2,0
7	36,0	0,80	< 0,1	16	10000	0,20
8	64,0	0,70	< 0,1	18	5000	1,0

rapportagegrens		0,40	0,1	15	500	0,10
Beschikbaarheid (in mg/kg)		5,2	3,2	3,2	28	7500



Vervolg prestatieblad: anorganische componenten met diffusieproef

	elem. 1 ¹⁾	elem. 2 ¹⁾	elem. 3 ¹⁾	elem. 4	elem. 5	elem. 6	elem. 7
Concentratiefactor	30	80	17	3,2	304	63	11
Richtingscoëff. traject 2-7	0,47	0,74	0,23	0,37	0,85	0,34	0,43
Standaardafw. r.c. tr. 2-7	0,10	0,09	0,07	0,07	0,17	0,03	0,14
Richtingscoëff. traject 5-8	-0,09	0,40	0,07	0,09	0,73	0,42	-0,03
Standaardafw. r.c. tr. 5-8	0,10	0,05	0,13	0,01	0,48	0,08	0,25
Richtingscoëff. traject 4-7	0,46	0,50	0,08	0,20	0,98	0,27	0,20
Standaardafw. r.c. tr. 4-7	0,25	0,05	0,12	0,06	0,42	0,04	0,30
Richtingscoëff. traject 3-6	0,60	0,88	0,30	0,36	1,11	0,36	0,73
Standaardafw. r.c. tr. 3-6	0,20	0,17	0,05	0,05	0,41	0,06	0,06
Richtingscoëff. traject 2-5	0,60	0,91	0,33	0,55	0,55	0,37	0,61
Standaardafw. r.c. tr. 2-5	0,19	0,15	0,06	0,06	0,06	0,06	0,04
Richtingscoëff. traject 1-4	-0,07	0,22	0,52	0,66	0,60	0,69	0,36
Standaardafw. r.c. tr. 1-4	0,20	0,31	0,03	0,02	0,03	0,09	0,10
Traject voor berekening diff.coëff.	2-7	5-8	1-4	2-7	2-5	5-8	2-7

Cum. gemeten belasting 64 d (mg/m ²)	454	1227	258	1619	4661	642	1,16
Cum. berekende bel. 64 d (mg/m ²)	434	1270	418	2000	2280	609	1,29
Afspoeling (mg/m ²)	83,6	19,8	-	-	-	-	0,043

- 1) Deze drie elementen zijn gebruikt om na te gaan of het product geen oplosgedrag vertoont (criterium 3 paragraaf 9.3.3 NEN 7375).
- 2) Voor element 3 is sprake van schijnbare diffusie. De cumulatieve gemeten belasting wordt beschouwd als bovengrens (criterium paragraaf 9.4 (laatste alinea) NEN 7375).

	elem. 8	elem. 9	elem. 10	elem. 11	elem. 12
Concentratiefactor	1,3	4,9	1,9	8,6	7,3
Richtingscoëff. traject 2-7	0,24	-0,12	-0,17	0,83	0,33
Standaardafw. r.c. tr. 2-7	0,07	0,08	0,20	0,12	0,55
Richtingscoëff. traject 5-8	0,43	0,07	-0,26	0,17	0,36
Standaardafw. r.c. tr. 5-8	0,03	0,13	0,26	0,41	1,05
Richtingscoëff. traject 4-7	0,19	-0,09	-0,69	0,70	-0,81
Standaardafw. r.c. tr. 4-7	0,16	0,11	0,12	0,30	0,98
Richtingscoëff. traject 3-6	0,07	0,07	-0,49	1,02	0,96
Standaardafw. r.c. tr. 3-6	0,13	0,13	0,23	0,21	1,23
Richtingscoëff. traject 2-5	0,20	-0,26	0,33	0,84	0,54
Standaardafw. r.c. tr. 2-5	0,16	0,17	0,32	0,10	1,08
Richtingscoëff. traject 1-4	0,36	-0,80	1,11	0,83	1,29
Standaardafw. r.c. tr. 1-4	0,05	0,22	0,10	0,07	0,62
Traject voor berekening diff.coëff.	geen ³⁾	geen ³⁾	geen ³⁾	geen ³⁾	geen ³⁾

Gemeten cumulatieve belasting 64 d (mg/m ²)	0,53	0,50	29,2	4380	0,74
Gemeten cumulatieve bel. fracties 1 - 2 (mg/m ²)	-	-	-	-	-
Gemeten cumulatieve bel. fracties 3 - 8 (mg/m ²)	-	-	-	-	-
Reden van niet diffusiebepaald gedrag	te lage concentr.	afspoeling	schijnbare uitputting	oplossen	grote spreiding
Ber. bovengrens voor uitloging (mg/m ²) ⁴⁾	0,53	0,104	27,5	8750	3,70

- 3) De uitloging van de componenten 8 tot en met 12 is niet diffusiebepaald. Voor deze componenten is een bovengrens afgeschat, conform "Werkwijze voor het berekenen van de bovengrens van de emissie" in dit prestatieblad, voor de cumulatieve belasting na 64 dagen en na 100 jaar.
- 4) De berekende bovengrens voor T=36500 dagen, gedeeld door 24, conform Art. 3.3.2 van de Regeling Bodemkwaliteit.



Prestatieblad U.III Bepaling van de beschikbaarheid voor uitloggen van anorganische componenten

Beginsel

De beschikbaarheid voor uitlogging (conform NEN 7371) wordt bepaald door een monster van het fijngemalen materiaal tweemaal achtereenvolgens met water te extraheren bij een verhouding tussen vloeistof en vaste stof (LS-waarde) van 50 liter per kg droge stof, bij een met behulp van salpeterzuur opgelegde pH van respectievelijk 7 en 4 (of een lagere pH-waarde, indien het materiaal zelf de pH lager instelt).

Het verkleinde materiaal ($95\% \leq 125 \mu\text{m}$) wordt in contact gebracht met demiwater. Vervolgens wordt na 1 en na 10 minuten de pH van de suspensie gemeten. Gedurende drie uur wordt de pH op $7 \pm 0,5$ (of lager als het materiaal zelf de pH lager instelt) gehandhaafd, waarna de suspensie wordt gefiltreerd. Na filtratie wordt het vochtige materiaal opnieuw met eenzelfde hoeveelheid demiwater in contact gebracht. Gedurende drie uur wordt de pH op $4 \pm 0,5$ (of lager als het materiaal zelf de pH lager instelt) gehandhaafd. Na filtratie moet het samengestelde eluaat (of beide individuele eluaten) na conservering (volgens U-VI) op de gewenste componenten worden geanalyseerd. Uit de meet- en analyseresultaten wordt, met behulp van de rekenformules uit NEN 7371, de beschikbaarheid in mg component per kg droog materiaal berekend, evenals het zuurneutraliserend vermogen.

Toepassingsgebied

In het kader van het Besluit Bodemkwaliteit en de Regeling Bodemkwaliteit wordt de beschikbaarheidsproef alleen voorgeschreven voor vormgegeven bouwstoffen. Voor korrelvormige materialen is de proef evenwel goed uitvoerbaar, met uitzondering van Slibben. (De proef als zodanig is weliswaar geschikt voor dit type materialen, maar bij de uitvoering kunnen zich problemen voordoen m.b.t. de filtratie). Voor zover bekend, kunnen alle overige (secundaire) bouwstoffen worden getoetst m.b.v. de beschikbaarheidsproef. Voor reducerende materialen echter geldt, dat tijdens de uitvoering van de proef oxidatie kan optreden. In hoeverre dit zal gebeuren, is niet op voorhand te zeggen.

Bij de validatie van de proef is gebruik gemaakt van de korrelvormige materialen AVI-vliegias, E-bodemas en AVI-bodemas en van de vormgegeven materialen Vliegias/cement-stabilisatie, Kalkzandsteen met poederkoolvliegias en Metselbaksteen.

Te bepalen / berekenen grootheden

- pH van het materiaal na 1 en na 10 minuten.
- Beschikbaarheid per component (in mg/kg droge stof).
- Zuurneutraliserend vermogen.



Vervolg prestatieblad: beschikbaarheid anorganische componenten

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Deeltjesgrootte

Verrichting

L/S

pH eerste stap

pH tweede stap

Zuur voor handhaving pH

Bewaartermijn eluaten

Conservering eluaten

Overdracht eluaten

Bouwstof / afvalstof

SIKB-protocollen

AP04-V

16 ± 2 g

95% ≤ 125 µm

NEN 7371

50 l/kg (2 maal)

7 ± 0,5 (zie U-IV)

4 ± 0,5 (zie U-IV)

0,2 M en 1,0 M salpeterzuur

NEN-EN-ISO 5667-3

Zie U-VI

Zie NEN 5861

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Reguliere kwaliteitsborgingspunten (Zie Hst. U5.1)

Temperatuur laboratorium

Tussen 18 en 22 °C

Geleidbaarheid demi-water

< 1 µS/cm

Aandachtspunten

Regelmatige controle balansen en bovenwegers op bias (< 1%)

Indien ook de beschikbaarheid van cyanide moet worden bepaald, dient de proefopstelling zoveel mogelijk te worden afgeschermd tegen invallend (zon)licht (om de afbraak van complexgebonden cyanide door UV-straling te voorkomen). Conservering van eluaten dient in dat geval zo snel mogelijk te geschieden.

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

1 * per 20 bepalingen (met een minimum van 2 * per jaar en een maximum van 6 * per jaar)

Controlemonster

Analyten

anorganisch materiaal

keuze van 4 componenten (concentraties > 10 * AG), zie hst. U5.2

Eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt $vcw^{1)}$

hoofdcomponenten

< 10 %

zware metalen

< 13 %

amfotere elementen

< 17 %

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens

3*AG

Organiserend bureau

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Ringonderzoek **inclusief** analyse van de eluaten en uitvoering van de berekeningen, **tenzij** deze onderdelen separaat, maar wel gelijktijdig, middels ringonderzoeken worden gecontroleerd

Referentiematerialen

Monsters van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium (NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde.

¹⁾ de opgegeven waarden zijn inclusief de chemische analyse van de betreffende component.



Vervolg prestatieblad: beschikbaarheid anorganische componenten

Set van fictieve meetgegevens en daarop gebaseerde rekenresultaten

Meetgegevens

Ingewogen vaste stof (niet gedroogd)	17,7 gram
Vochtgehalte bij 105 °C	10,0 %
Toegevoegde hoeve. demiwater 1e en 2e stap	2 * 800 ml
Toegevoegde hoeveelheid zuur (1,00 N) 1e stap	10 ml
Toegevoegde hoeveelheid zuur (1,00 N) 2e stap	20 ml

In mengeluut gemeten concentratie element 1	220 µg/l
In mengeluut gemeten concentratie element 2	< 1 µg/l

Rekenresultaten

L/S-verhouding totale proef	102 l/kg
Zuur-neutraliserend vermogen	1,88 mol/kg
Beschikbaarheid element 1 (per kg droge stof)	23 mg/kg
Beschikbaarheid element 2 (per kg droge stof)	< 0,10 mg/kg



Prestatieblad U.IV Bepaling van de pH in eluaten

Beginsel

De pH wordt (volgens NEN-EN-ISO 10523) gemeten met een indicatie-electrode in combinatie met een referentie-electrode of met een gecombineerde elektrode waarin de indicatie- en de referentie-electrode zijn gecombineerd. De indicatie-electrode bestaat uit een glas-electrode, terwijl de referentie-electrode meestal uit een kalomel-electrode bestaat. De kalomel-electrode is gevuld met een geconcentreerde kaliumchloride-oplossing.

Toepassingsgebied

Het toepassingsgebied van deze verrichting betreft alle eluaten, vrijkomend bij de uitvoering van een uitloogproef. Deze verrichting heeft met name betrekking op het meten van de pH van eluaten, vrijkomend bij één van de verrichtingen U-I, U-II, U-III of U-VIII.

Werkwijze en kwaliteitsborging

	Eluaat Kolomproef	Eluaat Diffusieproef	Eluaat Beschikbaarheidsproef	Eluaat Uitloging afvalstoffen
WERKWIJZE				
Monsterneming	zie U-I	zie U-II	zie U-III	zie U-VIII
Bewaartermijn	NEN-EN-ISO 5667-3	NEN-EN-ISO 5667-3	NEN-EN-ISO 5667-3	NEN-EN-ISO 5667-3
Verrichting	NEN-EN-ISO 10523	NEN-EN-ISO 10523	NEN-EN-ISO 10523	NEN-EN-ISO 10523
Bereik	7 < pH < 12	7 < pH < 12	4 < pH < 7	NEN-EN 16192 *) 7 < pH < 12
Parameter is methodebepaald				
VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE				
Reguliere kwaliteitsborgingspunten				
Dagelijkse kalibratie (indien pH-meter wordt gebruikt)	bij pH = 7 en pH = 12	bij pH = 7 en pH = 12	bij pH = 4 en pH = 7	bij pH = 7 en pH = 12
Controle kalibratie met controlemonster	na kalibratie	na kalibratie	na kalibratie	na kalibratie
Controlemonster	pH- bufferoplossing	pH- bufferoplossing	pH-bufferoplossing	pH- bufferoplossing
pH-bereik	9 < pH < 11	9 < pH < 11	pH 6	9 < pH < 11
Eis voor de herhaalbaarheidsstandaardafwijking s_r				
In het zure bereik pH < 8	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
In het basische bereik pH > 8	< 0,20	< 0,20		< 0,20
Eis voor de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking s_w				
In het zure bereik pH < 8	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
In het basische bereik pH > 8	< 0,20	< 0,20		< 0,20

*) NEN-EN 16192 verwijst voor pH door naar NEN-EN-ISO 10523.

Opmerking: *In het bovenstaande prestatieblad is per proef het pH-bereik van de eluaten als uitgangspunt gekozen; dit betekent een bereik van 4 - 7 voor de beschikbaarheidsproef en van 7 tot 11 à 12 voor de kolom- en diffusieproef. Daarnaast is het echter zo dat in de beschikbaarheidsproef ook de pH van het materiaal wordt bepaald (wat kan oplopen tot 12). Dit betekent dat in vrijwel alle gevallen gebruik gemaakt dient te worden van meer dan één pH-meter, of dat 3-punts-kalibraties moeten worden uitgevoerd. Voor de kalibraties dienen dusdanige ijkbuffers te worden gebruikt, dat het meetbereik hierbinnen valt.*



Vervolg prestatieblad: pH

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

gelijk aan de frequentie van de tweedelijnscontrole van de uitloogproef
(Synthetisch) eluaat gebufferd, in gebruikelijke pH-range

Controlemonster

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens

n.v.t.

Organiserend bureau

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Monsters van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium (NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde



Prestatieblad U.V Bepaling van de geleidbaarheid in eluaten

Beginsel

De elektrische geleidbaarheid van eluaten wordt gemeten met een geleidbaarheidsceel. Een geleidbaarheidsceel bestaat uit platinum vierkantjes, die zijn geplatineerd. Het meetbereik is over het algemeen instelbaar.

Toepassingsgebied

Het toepassingsgebied van deze verrichting betreft alle eluaten, vrijkomend bij de uitvoering van een uitloogproef. Deze verrichting heeft met name betrekking op het meten van de geleidbaarheid van eluaten, vrijkomend bij één van de verrichtingen U-I, U-II of U-III.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Eluaat	Beschikbaarheidsproef Kolomproef Diffusieproef Uitloging afvalstoffen
WERKWIJZE	
Monsterneming	zie U-I, U-II, U-III en U-VIII
Bewaartermijn	NEN-EN-ISO 5667-3
Verrichting	NEN-EN 16192 (NEN-ISO 7888)
Bereik	0,1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ - 100 mS/cm
Parameter is methodebepaald	

VALIDATIEONDERZOEK

EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Reguliere kwaliteitsborgingspunten

Dagelijkse kalibratie (indien geleidbaarheidsmeter wordt gebruikt).

Afstemmen geleidbaarheidsmeter op celconstante van elektrode

Controle kalibratie met een controlemonster

Controlemonster Eluaat uit uitloogproef
bereik geleidbaarheid 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ < geleidbaarheid < 20.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$

Eis voor de relatieve herhaalbaarheidsvariatiecoëfficiënt vc_r

< 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ < 20 %

> 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ < 15 %

Eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt

vc_w

< 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ < 25 %

> 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ < 15 %

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

gelijk aan de frequentie van de tweedelijnscontrole van de uitloogproef

Controlemonster

(Synthetisch) eluaat
bereik 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ < geleidbaarheid < 20.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: geleidbaarheid

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens

n.v.t.

Organiserend bureau

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Referentiematerialen

Monsters van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium
(NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde.



Instructieblad U.VI Conservering van eluaten

Beginsel en toepassingsgebied

Bij de uitvoering van de verrichtingen U-I, U-II, U-III en U-VIII komen eluaten vrij. Afhankelijk van de te analyseren componenten dienen de (deel)eluaten verschillend te worden geconserveerd.

In principe dienen de eluaten zo snel mogelijk na uitvoeren van de uitloogproef te worden verdeeld en geconserveerd (in ieder geval binnen 3 dagen).

Chemicaliën

Alle chemicaliën die gebruikt worden voor de conservering dienen minimaal van pro analyse kwaliteit te zijn.

Werkwijze en kwaliteitsborging

Vóór de conservering dient de geleidbaarheid van het eluaat te worden gecontroleerd. Is de geleidbaarheid meer dan 75 mS/cm, dan dient het eluaat te worden verdund met demiwater tot de geleidbaarheid kleiner is dan 75 mS/cm. Bij de berekening van de resultaten dient het gevonden analyseresultaat met de verdunningsfactor te worden vermenigvuldigd, ten einde de eigenlijke concentratie in het eluaat te verkrijgen.

De verrichting wordt, conform NEN-EN-ISO 5667-3, uitgevoerd volgens onderstaande tabel.

Analyse op	Grootte deeleluaat (materiaal fles)	Werkwijze
Metalen ¹⁾	250 ml (P ³⁾ of (borosilicaat)glas	Op pH 1 - 2 brengen met salpeterzuur. Voor Tin is zoutzuur ook toegestaan.
Anionen ²⁾	250 ml (P ³⁾ of glas	-
Fluoride	250 ml (P ³⁾ , niet PTFE)	-
Kwik	100 ml (P ³⁾ of (borosilicaat)glas	Op pH 1 - 2 brengen met salpeterzuur of op pH <1 met zoutzuur
Cyanide	100 ml (bruin glas ⁴⁾)	Op pH > 12 brengen met natronloog

¹⁾ Metalen: Arseen, Barium, Cadmium, Kobalt, Chroom, Koper, Molybdeen, Nikkel, Lood, Antimoon, Seleen, Tin, Vanadium en Zink

²⁾ Anionen: Bromide, Chloride, Sulfaat.

³⁾ P: Kunststof (vooraf gecontroleerd op geschiktheid) te weten: polyethyleen (PE), polypropyleen (PP), polycarbonaat PC) of polytetrafluorethyleen (PTFE).

⁴⁾ Cyanide: het materiaal van de fles dient gekleurd te zijn in verband met de in NEN-EN-ISO 5667-3 gestelde eis van het in donker bewaren van het monster.



Instructieblad U.VII Coaten van oppervlakken van vormgegeven bouwstoffen t.b.v. de diffusieproef

Beginsel

In een aantal gevallen is het noodzakelijk of wenselijk dat, in de diffusieproef, één of meer zijden van een vormgegeven bouwstof niet met de uitloogvloeistof in aanraking komen (zie ook "Toepassingsgebied" in dit instructieblad). In die gevallen worden de betreffende zijden voorzien van een coating. Deze coating moet de volgende eigenschappen bezitten:

- chemisch inert (geen componenten adsorberen en/of afgeven);
- goed hechten aan de bouwstof;
- geen water doorlaten;

Gebleken is dat de toepassing van acrylaathars of paraffine een geschikte coating oplevert ten behoeve van uitloogonderzoek van anorganische componenten met de diffusieproef.

Toepassingsgebied

Vormgegeven bouwstoffen dienen bij voorkeur aan de diffusieproef te worden onderworpen in de vorm en op de wijze, zoals ze zullen worden toegepast in de praktijk. Om dit te bereiken, is het in een aantal gevallen noodzakelijk of wenselijk dat één of meer zijden van het proefstuk worden gecoat. Hierbij kan onderscheid worden gemaakt tussen de volgende vier groepen van materialen:

- Dunne producten

Voor vormgegeven bouwstoffen die aan de diffusieproef worden onderworpen, geldt als voorwaarde dat alle afmetingen groter dienen te zijn dan 4 cm. Dit, om te voorkomen dat er tijdens de 64 dagen durende proef uitputting optreedt van snel uitloogende componenten (waardoor het eerste-orde-diffusiemodel niet meer geldt). Bepaalde producten, bijvoorbeeld dakpannen, voldoen niet aan deze eis; de dikte is slechts 2 cm. Door deze producten nu aan één zijde te coaten, kan er slechts eenzijdig uitloging optreden, waardoor alsnog aan de gestelde eis wordt voldaan.

- Producten die zijn voorzien van een toplaag

Bepaalde bouwstoffen zijn niet homogeen van structuur. Met name keramische producten zijn vaak voorzien van een glazuurlaag of andersoortige toplaag. Het ligt in die gevallen voor de hand om alleen die zijde(n) aan de uitloogproef te onderwerpen, die ook in de praktijk situatie aan het milieu worden blootgesteld. De overige zijden dienen in dat geval te worden gecoat.

- Gezaagde of geboorde proefstukken

Andere bouwstoffen zijn, in de vorm waarin ze worden toegepast, te groot om ze aan een uitloogproef te onderwerpen. Van dergelijke bouwstoffen worden veelal handzame brokken afgezaagd of uitgeboord, om die aan de diffusieproef te onderwerpen. Nu kan het zijn dat de gezaagde of geboorde oppervlakken (zaagsneden) een andere structuur hebben dan de oppervlakken die normaal gesproken aan het milieu worden blootgesteld. In dergelijke gevallen kunnen deze zaagsneden worden gecoat, om alleen de "originele" oppervlakken te beproeven.



Vervolg prestatieblad: Coaten van oppervlakken van vormgegeven bouwstoffen

- **Materialen met (gedeeltelijk) een onregelmatig oppervlak**
Tenslotte is er een categorie van materialen (met name stukslakken), waarvan het moeilijk is om de grootte van het uitlogend oppervlak te bepalen. Het kan in die gevallen wenselijk zijn "lastige" delen van het oppervlak te coaten en alleen de goed kwantificeerbare oppervlakken aan de uitlooproef bloot te stellen.

WERKWIJZE

Monsterneming

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Verrichting

Plaats het monster in een schone, stofvrije en eventueel van (punt)afzuiging voorziene ruimte (bijv zuurkast).
Maak het te gebruiken afdek materiaal gereed voor gebruik.

Breng het afdek materiaal met een kwast aan op de af te dekken oppervlakken.

Laat het afdek materiaal inwerken/drogen (bij voorkeur één nacht).

Breng voor de zekerheid een tweede laag afdek materiaal aan en laat dit opnieuw drogen.

Bouwstof / monoliet

SIKB-protocollen

AP04-V

bij voorkeur 2 producten / monolieten

NEN 7375, paragraaf 8.3.2 en bijlage B

VALIDATIEONDERZOEK EN

EERSTELIJNSCONTROLE

Reguliere kwaliteitsborgingspunten

Apparatuur

schoon

Voorzieningen

schoon, stofvrij, bij voorkeur voorzien van puntafzuiging

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

2 maal per jaar

Controlemonster

Relatief poreus, vormgegeven anorganische bouwstof
(bijvoorbeeld een baksteen of dakpan)

Werkwijze

Voor de tweedelijnscontrole worden twee identieke controlemonsters gebruikt. Eén van de twee wordt aan alle zijden gecoat, volgens de omschreven werkwijze, de ander wordt niet gecoat. Leg beide monsters, in 2 verschillende bakken, in demiwater (pH-neutraal), in een L/V-verhouding van 5 l/l. Neem een blanco van het demiwater. Laat beide monsters één week in het demiwater liggen. Analyseer beide eluaten en de blanco op één van de hoofdcomponenten natrium of calcium.

Criteria

De coating is goed aangebracht als de hoofdcomponentconcentratie in het eluaat van het gecoate monster niet hoger is dan de concentratie van dezelfde component in de blanco + 5% van de concentratie van de betreffende component in het eluaat van het niet gecoate monster.

DERDELIJNSCONTROLE

Ringonderzoeken

Indien voor deze verrichting rondzendonderzoeken worden georganiseerd, dient de instelling hieraan minimaal 1 maal per jaar deel te nemen.



Prestatieblad U.VIII Verkorte uitloogproef voor korrelvormige afvalstoffen

Beginsel

Bij deze verkorte uitloogproef wordt het monster gedurende 24 uur geschud met neutraal water bij een L/S verhouding van 10. Uitgangspunt is een monster met deeltjesgrootte < 10 mm. De uitloging wordt vastgesteld door het meten van de concentraties van de relevante parameters in het eluaat na filtreren over een 0.45 µm filter.

Te bepalen / berekenen grootheden

- pH en EC van het eluaat
- Uitloging per component (in mg/kg droge stof)

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE	Bouwstof / afvalstof
Monsterneming	Regeling Bm/Bssa
Monstervoorbehandeling	AP04-V
Monstergrootte	90 ± 5 g
Deeltjesgrootte	95% ≤ 10 mm
Verrichting	NEN-EN 12457-4
L/S	10 l/kg
Bewaartermijn eluaten	NEN-EN-ISO 5667-3
Conservering eluaten	Zie U-VI
Overdracht eluaten	Zie NEN 5861

VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Reguliere kwaliteitsborgingspunten (Zie Hst. U5.1)

Temperatuur laboratorium	Tussen 18 en 22 °C
Geleidbaarheid demi-water	< 1 µS/cm

Aandachtspunten

Regelmatige controle balansen en bovenwegers op bias (< 1%)

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

1 * per 20 bepalingen (met een minimum van 2 * per jaar en een maximum van 6 * per jaar)

Controlemonster

Analyten anorganisch materiaal
keuze van 4 componenten (concentraties > 10 * AG), zie hst. U5.2

Eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiecoëfficiënt $vcw^{1)}$

hoofdcomponenten	< 10 %
zware metalen	< 13 %
amfotere elementen	< 17 %

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens

3*AG

Organiserend bureau

voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Ringonderzoek **inclusief** analyse van de eluaten en uitvoering van de berekeningen, **tenzij** deze onderdelen separaat, maar wel gelijktijdig, middels ringonderzoeken worden gecontroleerd



Stichting Infrastructuur Kwaliteitsborging Bodembeheer
Burgemeester van Reenensingel 101 Postbus 420 2800 AK Gouda
telefoon 085-4862450 www.sikb.nl

Vervolg prestatieblad: verkorte uitloogproef korrelvormige afvalstoffen

Referentiematerialen

Monsters van

Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium
(NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde.

¹⁾ de opgegeven waarden zijn inclusief de chemische analyse van de betreffende component.



Prestatieblad U.IX Bepaling van de emissie van anorganische componenten d.m.v. de kolomproef (anaerobe omstandigheden)

Beginsel

De kolomproef (conform NVN 7384) heeft als doel de uitloging van anorganische componenten uit AVI-bodemasmaterialen in anaëroob milieu te simuleren, als functie van de LS-waarde, over een traject variërend van 0,1 tot 10 liter per kg droge stof. In dit Accreditatieprogramma wordt een hiervan afgeleide kolomproef opgenomen, die alleen de cumulatieve uitloging bepaalt bij een L/S van 10 l/kg.

Een hoeveelheid verkleind materiaal (95% \leq 4 mm) wordt in een verticaal opgestelde kolom gebracht. Gedurende ca. drie weken wordt deze kolom met een lage snelheid van onderuit doorstroomd met ontlucht demiwater. Het eluaat wordt in de kolom gefiltreerd en vervolgens opgevangen in twee fracties met elk een specifiek volume. Meteen nadat de afzonderlijke eluaatfracties zijn opgevangen, worden de pH en de geleidbaarheid gemeten (volgens respectievelijk U-IV en U-V) en worden de eluaten geconserveerd (volgens U-VI). Daarna worden de eluaten **in de juiste volumeverhoudingen** samengevoegd en wordt dit mengeluaat op de gewenste componenten geanalyseerd.

Op basis van de meet- en analyseresultaten wordt de cumulatief uitgeloopte hoeveelheid (emissie) van elke geanalyseerde component berekend (in mg/kg droge stof). Voor de berekeningen wordt gebruik gemaakt van de rekenformules, zoals vermeld in NVN 7384.

Toepassingsgebied

Het toepassingsgebied van deze verrichting is, in het kader van dit Accreditatieprogramma, AVI-bodemasmaterialen. Er is enige ervaring met andere materialen, maar mogelijk zijn de beschreven condities niet voor alle materialen optimaal.

Bij de validatie van deze verrichting is gebruik gemaakt van een AVI-bodemas.

Te bepalen / berekenen grootheden

- De pH en de geleidbaarheid van de eluaat-fracties.
- Per component, de berekende cumulatief uitgeloopte hoeveelheid (cumulatieve emissie bij L/S = 10), in mg/kg droge stof.

Werkwijze en kwaliteitsborging

WERKWIJZE

Monsterneming

Monstervoorbehandeling

Monstergrootte

Deeltjesgrootte

Verrichting

Afmetingen kolom

Eluaatbemonstering

Bewaartermijn eluaten

Meting pH

Meting geleidbaarheid

Conservering eluaten

Samenvoeging eluaten

(na conservering)

Overdracht eluaten

Bouwstof / grond

SIKB-protocollen

AP04-V

\pm 0,5 liter (bij gebruik kolom met diameter 5 cm en hoogte 20 cm)

95% \leq 4 mm

NVN 7384

Diameter 5 cm en hoogte \geq 20 cm

Bij $LS_{\text{droge stof}} = 1,0$ en $10,0$ l/kg

NEN-EN-ISO 5667-3

Zie U-IV

Zie U-V

Zie U-VI

naar verhouding tot 1 mengeluaat (L/S = 10)

Zie NEN 5861



VALIDATIEONDERZOEK EN EERSTELIJNSCONTROLE

Vervolg prestatieblad: emissie anorganische componenten met kolomproef (anaerobe omstandigheden)

Reguliere kwaliteitsborgingspunten (Zie Hst. U5.1)

Temperatuur laboratorium	Tussen 18 en 22 °C
Geleidbaarheid demi-water	< 1 µS/cm
Percolatiesnelheid	regelmatige controle op juiste snelheid (pompdebiet (in l/h) < 0,025 * massa in kolom (in kg droge stof), zie U5.1.2

Aandachtspunten

Vorraadvat met ontluucht demiwater, pomp en toevoerslang naar de kolom in continu met stikstof gespeelde behuizing.

Regelmatige controle balansen en bovenwegers op bias (< 1%)

Indien ook cyanide moet worden bepaald in de eluaten, dient het eluaat in bruine flessen te worden opgevangen (om afbraak van complexgebonden cyanide door UV-straling te voorkomen).

TWEDELIJNSCONTROLE

Frequentie

1 * per 20 bepalingen (met een minimum van 2 * per jaar en een maximum van 6 * per jaar)

Controlemonster

Analyten korrelvormig, anorganisch materiaal (zie hst. U5.2)
keuze van 4 componenten (concentraties > 10 * AG), zie hst. U5.2

Eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsvariatiëcoëfficiënt vc_w ¹⁾

hoofdcomponenten	< 12 %
zware metalen	< 19 %
amfotere elementen	< 23 %

¹⁾ de opgegeven waarden zijn inclusief de chemische analyse van de betreffende component.

DERDELIJNSCONTROLE

Frequentie

Minimaal 1 * per jaar

Ringonderzoeken

Rapportagegrens 3*AG
Organiserend bureau voor ringonderzoek geaccrediteerde instelling

Ringonderzoek **inclusief** analyse van de eluaten en uitvoering van de berekeningen, **tenzij** deze onderdelen separaat, maar wel gelijktijdig, middels ringonderzoeken worden gecontroleerd

Referentiematerialen

Monsters van Bureau Communautaire de Reference (BCR),
National Bureau of Standards (NBS),
Nederlands Meet Instituut, Van Swinden Laboratorium (NMI-VSL),
National Institute of Standards and Technology (NIST),
Monsters met een conventionele waarde

Set van fictieve meetgegevens en daarop gebaseerde rekenresultaten

Meetgegevens

Massa ingewogen monster (niet gedroogd)	0,44 kg	
Vochtgehalte monster (bepaald bij 105 °C)	10,0 %	
Volume opgevangen fractie 1	0,40 l	
Volume opgevangen fractie 2	3,60 l	
Gemeten concentratie in mengeluaat (µg/l)	Element 1 78	Element 2 < 15

Rekenresultaten

L/S-verhouding fractie 1	1,01 l/kg	
L/S-verhouding fractie 2	9,09 l/kg	
Cumulatieve L/S-verhouding totale proef	10,1 l/kg	
Cumulatieve emissie (mg/kg droge stof)	Element 1 0,79	Element 2 0 - 0,15

U7 Van toepassing zijnde documenten

U7.1 Normatieve documenten

NEN-EN-ISO 5667-3	2018	Water – Monsterneming – Deel 3: Conservering en behandeling van watermonsters.
NEN 5861	1999	Procedures voor monsteroverdracht.
NEN 6603	2010	Milieu en voedingsmiddelen – Eerstelijnscontrole met controlekaarten voor chemische en microbiologische analyses.
NEN 7360 incl. A1	1997 2013	Uitloogkarakteristieken van vaste grond- en steenachtige bouwmaterialen en afvalstoffen – Termen en definities.
NEN 7371	2004	Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de beschikbaarheid voor uitloging van anorganische componenten - Vaste grond- en steenachtige materialen.
NEN 7373	2004	Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen met een kolomproef - Vaste grond- en steenachtige materialen.
NEN 7375	2004	Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de uitloging van anorganische componenten uit vormgegeven en monolithische materialen met een diffusieproef - Vaste grond- en steenachtige materialen.
NEN 7383	2004	Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de cumulatieve uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen met een vereenvoudigde procedure voor de kolomproef.- Vaste grond- en steenachtige materialen.
NVN 7384	2006	Uitloogkarakteristieken - Bepaling van de cumulatieve uitloging van anorganische componenten uit poeder- en korrelvormige materialen onder anaërobe omstandigheden, met een vereenvoudigde procedure voor de kolomproef - Vaste grond- en steenachtige materialen.
NEN 7777 incl. C1	2011 2012	Milieu en voedingsmiddelen – Prestatiekenmerken van meetmethoden.
NEN 7778 incl. C1	2003 2014	Milieu – Gelijkwaardigheid van meetmethoden.
NEN-ISO 7888	1994	Water - Bepaling van het elektrische geleidingsvermogen.
NEN-EN-ISO 10523	2012	Water – Bepaling van de pH.
NEN-EN-16192	2011	Karakterisering van afval – Analyse van eluaten.
SIKB-Protocol 3001	2014	Conserveringsmethoden en -termijnen voor milieumonsters.
AP04 – A	2020	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Algemeen
AP04 – V	2020	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Monstervoorbehandeling
AP04 – E	2020	Accreditatieprogramma. Keuring van partijen grond, bouwstoffen en korrelvormige afvalstoffen. Onderdeel: Analyse van eluaten



U7.2 Informatieve documenten

ISO 3534-1	2006	Statistiek - Woordenlijst en symbolen - Deel 1: Algemene statistische termen en termen voor waarschijnlijkheidsrekening
ISO 8466-1	1990	Water Quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics. Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function.
NEN-EN-ISO 9169	2006	Lucht - Definitie en bepaling van prestatiekenmerken van een automatisch meetsysteem.
NEN-ISO 13528 incl. Cor.2016-10	2015	Statistische methoden voor gebruik bij laboratorium-evaluerend interlaboratoriumonderzoek.



Bijlagen

Bijlage U1 Statistische onderbouwing van de prestatiekenmerken voor uitloogproeven

Opmerking: Het hier beschreven onderzoek omvat o.a. de elementen natrium en kalium. In NEN 7375 werden deze elementen toegepast voor de bepaling van het in oplossing gaan van de te onderzoeken matrix. Bij de herziening van NEN 7375 in 2004 zijn natrium en kalium vervangen door calcium.

In hoofdstuk U4 is al aangegeven dat voor het uitloogonderzoek alleen statistische kengetallen zijn afgeleid voor de reproduceerbaarheid. Vanwege de lange doorlooptijd van met name de kolomproef en de diffusieproef (respectievelijk 3 weken en 64 dagen) worden deze proeven feitelijk onder reproduceerheidscondities uitgevoerd (en is uitvoering onder herhaalbaarheidscondities vrijwel ondoenlijk). Om alle uitloogproeven op een gelijke wijze te beoordelen, zijn ook voor de beschikbaarheidsproef geen prestatiekenmerken afgeleid voor de herhaalbaarheid.

Voor het afleiden van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid is **geen** gebruik gemaakt van meetwaarden, die betrekking hebben op (interlaboratorium) reproduceerbaarheid omdat daarin ook relatief grote verschillen tussen de laboratoria zijn verdisconteerd. In plaats daarvan is gebruik gemaakt van parallelle metingen (meetparen) die (bijvoorbeeld in het validatie-onderzoek) zijn gebruikt voor het berekenen van de herhaalbaarheid. In het bovenstaande is reeds aangegeven dat bij uitloogproeven de intralaboratoriumreproduceerbaarheidscondities min of meer vergelijkbaar zijn met de herhaalbaarheidscondities.

Verder is niet alleen de uitloogproef als zodanig, maar ook de analyse van de eluaten in de beschouwing meegenomen (terwijl in het validatie-onderzoek is gekeken naar de prestaties van de uitloogproeven sec.

Kolomproef

Voor het vaststellen van de statistische kengetallen voor de kolomproef is gebruik gemaakt van de gegevens van het validatie-onderzoek en gegevens van TNO en IWACO. Bij het validatie-onderzoek zijn alle resultaten met een analysefout van groter dan 5% niet meegenomen. Bij het validatie onderzoek zijn circa 100 gepaarde metingen (3 materialen, 10 laboratoria, diverse parameters) statistisch verwerkt. De gegevensset van TNO en IWACO omvatte circa 450 gepaarde metingen met cumulatieve emissies boven het gestelde criterium van 3 maal de bepalingsgrens (BG), ofwel 10 maal de aantoonbaarheidsgrens (AG).

In onderstaande tabel 1 zijn de resultaten van beide populaties vermeld. De resultaten van beide reeksen komen redelijk tot goed overeen.

Tabel 1: Statistische kentallen kolomproef

	validatie onderzoek	IWACO + TNO
Gemiddelde v _{cw} (%)	16	16
Mediaan	14,7	9,0
Aantal waarnemingen	± 100	441

Uit bovenstaande gegevens blijkt dat de gemiddelde waarden weliswaar vergelijkbaar zijn, maar dat de mediaan-waarden nogal verschillen. Tevens blijkt dat beide populaties niet normaal verdeeld zijn. Het relatief grote verschil tussen het gemiddelde en de mediaan-waarde van de TNO-IWACO-populatie wordt met name veroorzaakt door een aantal uitschieters naar de bovenkant. Hiervoor is niet gecorrigeerd, terwijl dit wel is

gedaan in het validatie-onderzoek.

Vervolgens zijn de emissieresultaten van IWACO en TNO verdeeld in drie categorieën. In tabel 2 zijn de parameters per categorie weergegeven. Onderscheid is gemaakt tussen de emissiecijfers van de macroparameters (Na, Cl, Br, F en SO₄), de zware metalen (Ba, Cd, Cu, Co, Cr, Hg, Pb, Ni, Sn en Zn) en de amfotere elementen welke een karakteristiek uitloggedrag vertonen met piekuitloging (Se, Sb, As, Mo, V en CN). Het aantal metingen per categorie is voldoende om een statistische uitspraak te kunnen doen.

Tabel 2: Statistische kentallen kolomproef, per categorie van componenten

categorie	1	2	3
parameters	Na, K, Cl, SO ₄	Ba, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn	As, Mo, Sb, Se, V
gemiddelde v_{cw} (%)	12	19	23
mediaan	6	14	12
aantal waarnemingen	119	206	116

Als eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking is voorsnog gekozen voor de gemiddelde waarde. Als randvoorwaarde voor opname in de prestatiebladen geldt, dat de eis voor de relatieve reproduceerbaarheidsstandaardafwijking voor de hele uitlogproef niet strenger mag zijn dan de meest soepele eis voor de relatieve reproduceerbaarheidsstandaardafwijking die in het onderdeel Eluaatanalyses is opgenomen m.b.t. de chemische analyse van de eluaten, zijnde de eis voor "zware matrices". Deze laatstgenoemde eis is 10% voor (een deel van) de hoofdelementen, 13% voor (het grootste deel van) zware metalen en 17% voor de meeste amfotere elementen.

Geconstateerd kan worden dat de in tabel 2 genoemde gemiddelde waarden voor de uitvoering van de kolomproef (inclusief analyses) hoger zijn dan de voor eluaatanalyse gestelde eisen. De uiteindelijk in de prestatiebladen opgenomen eis voor de intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking (v_{cw}) voor de kolomproef is dan ook:

- 12% voor de hoofdcomponenten (categorie 1);
- 19% voor de zware metalen (categorie 2);
- 23% voor de amfotere componenten (categorie 3).

Beschikbaarheidsproef

Voor de kengetallen van de beschikbaarheidsproef zijn alleen de resultaten van het validatie-onderzoek gebruikt. De gemiddelde standaardafwijking van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid (v_{cw}) bedraagt 7,4%. In tabel 3 is een onderverdeling per categorie van componenten gemaakt.

Tabel 3: Statistische kentallen beschikbaarheidsproef, per categorie van componenten

categorie	1	2	3
parameters	Na, K, Cl, SO ₄	Ba, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn	As, Mo, Sb, Se, V
gemiddelde v_{cw} (%)	5	11	8
mediaan	4	11	7
aantal waarnemingen	± 130	± 80	± 60



Hier geldt dat de kentallen, afgeleid voor de uitloogproef (inclusief de chemische analyse van het eluaat) **lager** zijn dan de prestatiekenmerken, opgenomen in het Accreditatieprogramma onderdeel eluaatanalyses. Dit wordt waarschijnlijk veroorzaakt door het relatief hoge concentratieniveau in de eluaten van de beschikbaarheidsproef, waardoor met een grotere precisie kan worden gemeten. De uiteindelijk in de prestatiebladen opgenomen eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking (vc_w) voor de beschikbaarheidsproef is daarom gelijk aan die voor de chemische analyse en komt hiermee op:

- 10% voor de hoofdcomponenten (categorie 1);
- 13% voor de zware metalen (categorie 2);
- 17% voor de amfotere componenten (categorie 3).

Diffusieproef

Ook voor de kengetallen van de diffusieproef zijn alleen de resultaten van het validatieonderzoek gebruikt. Dit betekent dat de aantallen waarnemingen (meetwaarden) relatief laag zijn, met name voor wat betreft de spoorelementen. De gemiddelde standaardafwijking van de intralaboratoriumreproduceerbaarheid (vc_w) voor de **berekende ϵ_{64}** bedraagt 15%. In tabel 4 is een onderverdeling per categorie van componenten gemaakt.

Tabel 4: Statistische kentallen diffusieproef, per categorie van componenten

Categorie	1	2	3
Parameters	Na, K, Cl, SO ₄	Ba, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn	As, Mo, Sb, Se, V
Gemiddelde vc_w (%)	12	18	16
Mediaan	11	18	16
Aantal waarnemingen	30	8	41

De voor de diffusieproef (in z'n totaliteit) afgeleide kentallen zijn hoger dan de prestatiekenmerken, opgenomen in het Accreditatieprogramma onderdeel eluaten. De uiteindelijk in de prestatiebladen opgenomen eis voor de relatieve intralaboratoriumreproduceerbaarheidsstandaardafwijking (vc_w) voor de diffusieproef komt hiermee op:

- 12% voor de hoofdcomponenten (categorie 1);
- 18% voor de zware metalen (categorie 2);
- 17% voor de amfotere componenten (categorie 3).

