

Beskrivelse af grundlæggende karakteriseringstests og overensstemmelsestests

1. Kolonneudvaskningstest DS/CEN/TS 14405¹

Kolonneudvaskningstesten udgør en væsentlig del af den grundlæggende karakteriseringstestning, og kan i nogle tilfælde (se Bilag G) også anvendes som overensstemmelsestest. Formålet med at gennemføre kolonneudvaskningstesten er at tilvejebringe oplysninger om granulært affalds udvaskningsegenskaber som funktion af udvaskningsgraden udtrykt ved L/S (væske-/faststofforholdet, hvor L (liquid) er det samlede volumen væske, som på et givet tidspunkt er strømmet gennem en given mængde af affald, S (solid), bestemt som tørvægt. For et givet deponeringsscenarie kan L/S, der angives i l/kg, omregnes til en tidsskala.

En kolonneudvaskningstest simulerer i nogen grad den stofudvaskning, som kan forventes at foregå i deponeret affald som følge af gennemsivning af vand. Det skal dog bemærkes, at processer med langsom kinetik eller som kan forløbe over længere tid, som f.eks. mineralomdannelser, karbonatisering og oxidation samt biologiske processer, sjældent vil kunne afspejles i en kolonneudvaskningstest, som typisk gennemføres på nogle få uger.

I kolonnetesten DS/CEN/TS 14405, som kan anvendes til undersøgelse af udvaskning af uorganiske komponenter (samt DOC² og phenol) fra uorganisk/mineralsk affald med begrænset indhold af organisk stof, tilstræbes der gennem den anvendte partikelstørrelse og gennemstrømningshastighed opnåelse af lokal ligevægt for de undersøgte komponenter mellem faststoffasen og væskefasen.

Ved kolonnetesten DS/CEN/TS 14405 anbringes materialet, som skal være < 4 mm (i nogle tilfælde kan en partikelstørrelse på op til 10 mm accepteres) i en lodretstående 30 cm lang plastcylinder med en diameter på 5 eller 10 cm. Cylinderen lukkes med gennemføringer i begge ender, og demineraliseret vand tilledes fra bunden, indtil materialet er mættet. Systemet henstår mættet i et par dage, indtil der er indtrådt ligevægt (checkes ved måling af pH). Herefter pumpes demineraliseret vand (ved testning af jord anvendes i stedet en 0,001 M CaCl₂-opløsning i demineraliseret vand) gennem cylinderen med en hastighed på ca. 15 cm/døgn (beregnet for en tom kolonne). Eluatet, som passerer gennem et 45 µm filter, opsamles i henhold til metodebeskrivelsen i 7 fraktioner svarende til L/S = 0-0,1, 0,1-0,2, 0,2-0,5, 0,5-1,0, 2,0-5,0 og 5,0-10,0 l/kg.

I forbindelse med karakterisering af affald kan man dog nøjes med at opsamle fraktionerne L/S = 0-0,1, 0,1-2 og 2-10 l/kg. De opsamlede eluater analyseres straks for pH og ledningsevne samt eventuelt redox-potentiale, og konserveres med henblik på efterfølgende kemisk analysering for de påkrævede komponenter.

¹ Resultater af DS/CEN/TS 14405 kan relateres til grænseværdierne for stofudvaskning i Bilag C.

² DOC: Dissolved organic carbon (opløst organisk kulstof)

Hvis man ønsker at reducere påvirkningen fra atmosfærisk luft, kan testen udføres i en nitrogenatmosfære. Testen er uegnet til materialer med lav hydraulisk ledningsevne (dvs. under ca. $10^{-7} - 10^{-8}$ m/s).

2. Batchudvaskningstest EN 12457-1³

Batchudvaskningstesten er en overensstemmelsestest⁴, men kan i visse tilfælde (se Bilag G) også udgøre karakteriseringsudvaskningstesten. Formålet med at gennemføre batchudvaskningstesten er dels at sikre, at affaldet har de egenskaber, som forventes/kræves på baggrund af den grundlæggende karakterisering, dels at affaldet overholder udvaskningskravene for den deponeringsenhed, på hvilken det ønskes anbragt.

En batchudvaskningstest med demineraliseret vand kan ligesom kolonnetesten anvendes til at beskrive stofudvaskningen som funktion af L/S (og tiden), men med en langt mindre grad af detaljering end kolonnetesten. Resultatet af EN 12457-1 giver således en gennemsnitskoncentrationen for en given komponent i eluatet for L/S = 0-2 l/kg, hvorimod kolonnetesten giver et mere detaljeret billede af udvaskningsforløbet i dette interval. Såfremt udvaskningen ikke påvirkes af specielle forhold som f.eks. kompleksdannelse ved lave L/S-værdier, vil man i mange tilfælde få samme akkumulerede udvaskede stofmængde ved L/S = 2 l/kg ved EN 12457-1 og kolonnetesten DS/CEN/TS 14405. Ved gennemførelsen af EN 12457-1, tilstræbes der gennem valg af partikelstørrelse og kontakttid opnåelse af en ligevægtslignende tilstand for de undersøgte komponenter.

Ligesom for kolonnetesten skal det bemærkes, at processer med langsom kinetik eller som kan forløbe over længere tid, som f.eks. mineralomdannelser, karbonatisering og oxidation samt biologiske processer, sjældent vil kunne afspejles i EN 12457-1, som gennemføres over et døgn. EN 12457-1 kan anvendes til undersøgelse af udvaskning af uorganiske komponenter (samt DOC og phenol) fra uorganisk/mineralsk affald og slam med begrænset indhold af organisk stof.

Ved EN 12457-1 udvaskes der med demineraliseret vand i 24 timer. Affaldet, der skal testes, skal have en partikelstørrelse < 4 mm og må, om nødvendigt nedknyttes inden testning. Materialet anbringes i en cylinderformet, lukket plastflaske sammen med den mængde demineraliseret vand, som er nødvendig for at opnå en resulterende L/S-værdi på 2 l/kg (ved testning af jord anvendes en 0,001 M CaCl₂-opløsning i demineraliseret vand i stedet for demineraliseret vand). Plastflasken bringes til at rotere om sin tværsakse med en hastighed på 8-10 rotationer per minut. Efter 24 timer separeres væskefasen (eluatet) fra faststoffasen ved filtrering gennem et 0.45 µm filter. Der måles straks pH og ledningsevne samt evt. redox-potentiale, og eluatet konserveres med henblik på efterfølgende kemisk analysering for de påkrævede komponenter.

Nogle affaldstyper kan, for eksempel på grund af for stort vandindhold eller reaktion med vand, ikke testes ved L/S = 2 l/kg. I sådanne tilfælde kan man i stedet anvende kolonnetesten DS/CEN/TS 14405, hvor man kun opsamler og analyserer fraktionen L/S =

³ Resultater af EN 12457-1 (og EN 12457-2) kan relateres til grænseværdierne for stofudvaskning i Bilag G.

⁴ Hvis batchtesten skal anvendes som overensstemmelsestest, skal den også indgå i karakteriseringsprogrammet for en given affaldstype.

0-2 l/kg, eller man kan anvende batchtesten EN 12457-2, som gennemføres ved L/S = 10 l/kg, men i øvrigt svarer til EN 12457-1.

Hvis man anvender EN 12457-2, skal resultaterne sammenlignes med grænseværdier svarende til L/S = 10 l/kg i stedet for L/S = 2 l/kg.

Ved testning af forurenede havbundssedimenter kan det på grund af stort vandindhold være nødvendigt efter henstand først at dekantere frit vand fra, og derefter udføre batchtesten ved L/S = 10 l/kg i henhold til EN 12457-2. I så fald registreres mængden af fradekanteret vand, og både dette og eluatet fra udvaskningstesten analyseres kemisk i henhold til ovenstående program.

3. Tests til bestemmelse af udvaskning af uorganiske stoffer (og DOC) som funktion af pH DS/CEN/TS 14997:2006 og DS/CEN/TS 14429:2005

Testene til bestemmelse af udvaskning som funktion af pH indgår i den grundlæggende karakterisering af affald til deponering. De giver informationer, som er væsentlige for forståelsen af, hvordan stofudvaskningen fra det deponerede affald både på kortere og længere sigt kan blive påvirket og ændre sig som følge af processer eller forandringer i omgivelserne eller affaldet selv, som kan medføre ændringer i pH i det vand, som er i kontakt med affaldet. Ved begge metoder opnås en beskrivelse af stofudvaskningen under ligevægtsbetingelser ved L/S = 10 l/kg ved en række forskellige pH-værdier. De to metoder giver principielt samme information, og adskiller sig primært ved den praktiske metoder, som anvendes til at fastholde et bestemt pH i den enkelte ekstraktion.

4. DS/CEN/TS 14997: "Karakterisering af affald – Udvasningsegenskaber – Udvasningens afhængighed af pH med kontinuerlig tilsætning af syre/base"

Ved DS/CEN/TS 14997 udføres et antal separate udvasningstests ved L/S = 10 l/kg med demineraliseret vand, hvor pH i testperioden på 48 timer i hver test under omrøring fastholdes på en forud valgt værdi gennem computerstyret feed-back-kontrol og tilsætning af salpetersyre (HNO₃) eller natriumhydroxid (NaOH). Eluatet fra testen filtreres gennem et 0.45 µm filter og analyseres for de påkrævede og ønskede komponenter. Testen skal udføres på materiale, der er nedknust til < 1 mm (det anbefales dog at formale til < 0,125 mm).

5. DS/CEN/TS 14429: "Karakterisering af affald – Udvasningsegenskaber – Udvasningens afhængighed af pH med tilsætning af syre/base ved testens start"

Ved DS/CEN/TS 14429 udføres ligeledes et antal separate udvasningstests ved L/S = 10 l/kg med demineraliseret vand, hvor pH i testperioden på 48 timer i hver test fastholdes på en forud fastlagt værdi gennem tilsætning af en (ved titrering) forud beregnet mængde syre (HNO₃) eller base (NaOH) á tre omgange ved testens start.). Eluatet fra testen filtreres gennem et 0.45 µm filter og analyseres for de påkrævede og ønskede komponenter. Testen skal udføres på materiale, der er nedknust til < 1 mm (det anbefales dog at formale til < 0,125 mm). Agitationen foregår ved rotation om længdeaksen på samme måde som ved EN 12457-1 og EN 12457-2.

Ved en fuld test gennemføres bestemmelsen ved begge metoder ved mindst 8 forskellige pH-værdier i intervallet $\text{pH} = 2 - 12$ (bemærk, at den nuværende udgave af DS/CEN/TS 14997 foreskriver $\text{pH} = 4 - 12$), inklusive materialets egen-pH. For ikke-alkaliske materialer, som skal placeres i mono-deponier, kan det dog accepteres, at antallet af bestemmelser reduceres til 5 eller 6 værdier, hvor den laveste værdi er $\text{pH} = 2$, og den højeste svarer til affaldets egen-pH. Resultaterne af testene præsenteres som udvaskede koncentrationer af de undersøgte komponenter som funktion af pH.

Gennemførelse af DS/CEN/TS 14997 kræver specialudstyr til feed-back-kontrol af pH. Til gengæld giver denne test mulighed for ganske præcist at fastholde en bestemt pH-værdi. Gennemførelse af DS/CEN/TS 14429 er mindre udstyrskrævende. Ved denne procedure er det ofte vanskeligt at ramme en bestemt pH-værdi præcist, og det er som regel nødvendigt at gennemføre et noget større antal enkelttests, og så på grundlag af måling af slut-pH at udvælge eluaterne fra 8 eller 6 tests, som dækker det ønskede interval, til kemisk analysering.

Ved begge metoder registreres det for hver slutværdi af pH i de enkelte tests, hvor mange mol H^+ /kg affald (tørstof) eller hvor mange mol OH^- /kg affald (tørstof), der er brugt. En afbildning af pH mod forbruget af syreækvivalenter (mol H^+ /kg affald (tørstof), positiv) og baseækvivalenter (mol OH^- /kg affald (tørstof), negativ) vil være et mål for materialets syre/base-bufferkapacitet.

Der findes ingen grænseværdier for syre-base-pufferkapaciteten, og vurderingen er således af kvalitativ og informativ karakter. Resultaterne kan bl.a. anvendes til vurdering af risikoen for forsurelse ved tilførsel af syre/perkolat med lavt pH til materialer med lav resistens mod forsurelse, dvs. med lille syreneutraliseringskapacitet. Tilsvarende kan resultaterne anvendes til vurdering af risikoen for dannelse af alkaliske forhold ved tilførsel af stærkt alkalisk materiale til materialer med lav baseneutraliseringskapacitet. I begge tilfælde kan resultatet være øget udvaskning af visse forureningskomponenter, f.eks. tungmetaller/sporelementer.

Under alkaliske forhold vil frigivelsen af organisk stof som DOC desuden kunne øges betydeligt. Det vil derfor være hensigtsmæssigt at vurdere resultatet af bestemmelsen af syre-base-pufferkapaciteten sammen med resultatet af testningen af stofudvaskningens afhængighed af pH.

6. Test til bestemmelse af syre/base-bufferkapacitet DS/CEN/TS 15364:2006

Formålet med at gennemføre en test til bestemmelse af et affaldsmateriales syre/base-bufferkapacitet er at opnå et mål for materialets "modstandskraft" eller følsomhed overfor påvirkninger med syre eller base, dvs. hvor meget syre eller base, der skal tilføres for at ændre systemets pH til en given værdi.

Bufferkapaciteten bør vurderes i sammenhæng med resultatet af stofudvaskningens afhængighed af pH. Denne kombination kan f.eks. benyttes til at vurdere risikoen for at en given forsurelse vil medføre en forøget udvaskning af en given komponent.

Hvis man har gennemført en af testene DS/CEN/TS 14997 eller DS/CEN/TS 14429, har man som nævnt ovenfor allerede de oplysninger, som indgår i beregningen af syre/base-bufferkapaciteten. Der findes dog også en særskilt test, som alene kan anvendes til bestemmelse af syre/base-bufferkapaciteten. Metoden hedder DS/CEN/TS 15364:2006: "Karakterisering af affald – Udvaskningsegenskaber - Syre/base-neutraliseringskapacitet. Metoden bygger på DS/CEN/TS 14429, og gennemføres på samme måde, blot måles der kun pH på eluaterne, de analyseres ikke yderligere.

Ligesom i DS/CEN/TS 14429 registres det for hver slutværdi af pH i de enkelte tests, hvor mange mol H^+ /kg affald (tørstof) eller hvor mange mol OH^- /kg affald (tørstof), der er brugt. En afbildning af pH mod forbruget af syreækvivalenter (mol H^+ /kg affald (tørstof), positiv) og baseækvivalenter (mol OH^- /kg affald (tørstof), negativ) vil være et mål for materialets syre/base-bufferkapacitet eller neutraliseringskapacitet.