

Monster- en meetprotocol

Harry Veld
Thijs van Kessel
Jasperien de Weert

Marc Verheul
Laura Vonhögen - Peeters

1230624-000



Titel
Monster- en meetprotocol

Opdrachtgever
RWS

Project
1230624-000

Kenmerk
1230624-000-BGS-0007

Pagina's
56

Versie	Datum	Auteur	Paraaf	Review	Paraaf	Goedkeuring	Paraaf
	juli 2016	Harry Veld		Stephan Gruijters			

Status

Definitief concept

Dit document is een concept en uitsluitend bedoeld voor discussiedoeleinden. Aan de inhoud van dit rapport kunnen noch door de opdrachtgever, noch door derden rechten worden ontleend.

Inhoud

1 Inleiding	1
1.1 Leeswijzer	2
2 Randvoorwaarde korrelgrootte analyse	3
2.1 Vanuit de doelstelling van het project	3
2.2 Vanuit het te gebruiken verspreidingsmodel	3
2.3 Vanuit aansluiting op historische datasets	3
2.3.1 Deeltjes-telmethode	4
3 Bemonstering, voorbehandelingen en analysemethode	5
3.1 Bemonstering	6
3.2 Monstervoorbehandeling	9
3.3 Analysemethodes korrelgrootteverdeling	12
3.4 Korrelgrootte (range) van besproken technieken	14
4 Overwegingen bij voorstel monster en meetprotocol	17
4.1 Boringen en monsteraantallen in fase 2	17
4.2 Voorgestelde bemonstering	18
4.2.1 Bemonsteringmethode	18
4.2.2 Bemonsteringsdiepte	19
4.3 Analysemethode met of zonder voorbehandeling	20
4.3.1 Beperkingen met betrekking tot korrelvorm	20
4.3.2 Fractie > 2000 µm	20
4.3.3 Fractie 2000 – C bulkmonsters	20
4.3.4 Fractie < 63 µm bulk	21
4.3.5 Onderzoeksmonsters	22
4.4 Monsteropslag	23
5 Voorstel voor monster- en meetprotocol	25
5.1 Bemonstering voor analyse en monsteropslag	25
5.2 Analyses op de bulk	25
5.3 Analyses op de monsters voor kwaliteitscontrole	26
5.4 Analyses op monsters voor nader onderzoek	27
6 Literatuur	29
Bijlage(n)	
A Voorbehandelingen en methodes voor korrelgrootte analyses	A-1
A.1 Onderzoek Blok en Arentz op voorbehandelingsmethoden	A-1
A.2 Zeefkromme bepaling	A-2
A.3 Sedimentatie of gravimetrische methoden (voor fractie < 63 µm)	A-2
A.3.1 Pipetmethode	A-2
A.3.2 Hydrometer (Areometer)	A-3
A.3.3 Röntgendiffractie (Sedigraaf)	A-4
A.4 Laser/Licht diffractie methoden	A-5

A.5	Deeltjes-telmethode	A-6
A.5.1	Microscopie	A-6
A.5.2	Deeltjeskarakterisering met electrical sensing zone (Coulter methode)	A-7
B	Classificatie	B-1
C	Korrelgrootteverdeling-d.m.v. zeefkromme bepaling	C-1
C.1	Inleiding	C-1
C.2	Lijst van benodigdheden	C-1
C.3	Vorbereiding	C-1
C.4	Uitvoering Natzeven:	C-2
C.5	Uitvoering Droog zeven	C-2
C.5.1	Fractie <2000um - >63um	C-2
C.5.2	Fractie <63um	C-2
C.6	Het nemen van een submonster voor de vervolanalyses	C-3
D	Sedigraafbepaling	D-1
D.1	Doel	D-1
D.2	Omschrijving	D-1
D.3	Analyse	D-1
D.3.1	Benodigdheden	D-1
D.3.2	Vorbereiding	D-1
D.4	Uitvoering	D-1
D.5	Rapportage	D-2
E	Voorbehandelen van sedimentmonsters voor Laserdiffractie analyses	E-1
E.1	Twee type monsters worden geanalyseerd:	E-1
E.2	Monsters <2000um	E-1
E.3	Monsters <63um	E-1
E.3.1	Techniek voor het meten in vloeistof	E-1
E.3.2	Beginsel van de korrelgroottebepaling met laserdiffractie apparatuur	E-2

1 Inleiding

Rijkswaterstaat kustlijnzorg (RWS-KLZ) en Stichting LaMER willen nieuwe wingebieden voor suppletie- en ophoogzand vaststellen op de Noordzee voor de periode van 2018-2027.

Voor het vaststellen van de definitieve wingebieden wil men ten eerste inzicht hebben in het voorkomen van stoorlagen en de kwaliteit van het materiaal qua korrelgrootte voor de toepassing als suppletie- en ophoogzand, waarbij de korrelgrootteverdeling van het zand belangrijk is om de economische waarde van het zand te bepalen.

Daarnaast worden de zoekgebieden definitief vastgesteld op basis van een effectbeoordeling die wordt uitgevoerd ten behoeve van een milieu effect rapportage (MER)-procedure voor de zandwinning. Hierbij wordt onder andere gekeken naar de effecten van de baggerwerkzaamheden op het slib (in de waterkolom en de ondergrond) en op de natuur. Mogelijke milieueffecten van de zandwinning worden bepaald met behulp van modellering waarbij inzicht wordt verkregen in vertroebeling van het water en verspreiding van deeltjes als gevolg van de zandwinning. Hierbij is het van belang te weten wat de aanwezige slibconcentratie (fractie < 63µm) is in de ondergrond van de wingebieden.

De twee doelen van het project zijn dan ook:

- 1) Inzicht verkrijgen in de kwaliteit van het zand als ophoog- en suppletiezand
- 2) Inzicht in vertroebeling en verspreiding van deeltjes bij winning, ten behoeve van de MER

De korrelgrootteverdeling is één van de fysische kenmerken van een bodem en kan bepaald worden met een korrelgrootteanalyse. Hiermee kan een kwantitatieve beschrijving van sedimenten worden gemaakt.

Om inzicht te krijgen in het bodemmateriaal en de korrelgrootteverdeling ten behoeve van de beide doelen wordt in Fase 1 van het project het volgende werk verricht:

- a) In beeld brengen van de bestaande geologische kennis van de zoekgebieden voor zandwinning.
- b) Opstellen van een bemonsterings- en analyseprotocol voor de uitvoering van de korrelgrootteanalyses (inclusief de bepaling van het slibgehalte) in gebieden waarvan in onderdeel (a) is gebleken dat (geologische) informatie ontbreekt.

Het daadwerkelijke uitvoeren van het geofysisch onderzoek, het booronderzoek en de korrelgrootte bepalingen zelf vinden plaats in Fase 2.

Dit rapport is onderdeel van Fase 1 van het project en beschrijft de keuze voor de meest geschikte methode voor het bepalen van de korrelgrootteverdeling die geschikt is voor beide doelen van het project. De keuze voor de analysemethode is niet evident aangezien de verwachting is dat er > 95% (m/m) zand in de monsters aanwezig is en dat er uitspraken gedaan dienen te worden over de restfractie < 5%. Hierbij dient de analysemethode het natuurlijke proces van vertroebeling dat ontstaat bij zandwinning zo goed mogelijk te reproduceren.

Op basis van een literatuurstudie, gesprekken met inhoudelijke experts en een workshop is de meest geschikte bemonsterings- en analysemethode gekozen.

1.1 Leeswijzer

In Hoofdstuk 2 van het rapport staan de randvoorwaarden beschreven die vanuit het doel om nieuwe zandwingebieden aan te wijzen worden gesteld aan een korrelgrootteverdeling. De meest gangbare technieken om een korrelgrootteverdeling te bepalen zijn in Hoofdstuk 3 op een rij gezet, met daarbij de voor- en nadelen van de verschillende methodes. Hierbij is informatie gebruikt voortgekomen uit de gesprekken die zijn gevoerd met verschillende experts. In een workshop zijn de meest geschikte technieken bediscussieerd en tegen elkaar afgewogen. Deze discussie staat, met de keuzes die uiteindelijk zijn gemaakt, beschreven in Hoofdstuk 4. In Hoofdstuk 5 staat het voorstel voor de uit te voeren werkzaamheden in Fase 2.

In de bijlage A is een uitgebreide beschrijving opgenomen van de verschillende korrelgrootteanalyses. De voorschriften voor het uitvoeren van de bemonstering, analyses en monsteropslag staan in bijlage B t/m E.

2 Randvoorwaarden korrelgrootte analyse

2.1 Vanuit de doelstelling van het project

De belangrijkste randvoorwaarde waaraan de korrelgrootteanalyses moeten voldoen is het met een nauwkeurigheid van $\pm 0.5\%$ bepalen van de fractie $< 63 \mu\text{m}$ bij een slibconcentratie kleiner dan 5%. Voor de locaties langs de Hollandse- en Zeeuwse kust geldt 2.5% en boven de Waddenzee een percentage van 3% als toelaatbare bovengrens voor de fractie $< 63 \mu\text{m}$. De gemeten slibfracties moeten als validatie data dienen voor het MER-model.

2.2 Vanuit het te gebruiken verspreidingsmodel

Alleen de fractie $< 63 \mu\text{m}$ draagt significant bij aan de vertroebeling op de Noordzee. De fractie $> 63 \mu\text{m}$ bezinkt immers snel en verstrooit bovendien relatief weinig licht. In het huidige verspreidingsmodel is het niet mogelijk om een volledige korrelgrootteverdeling op te geven. Het model bevat twee fijne sedimentfracties gekarakteriseerd door een valsnelheid (0,125 en 1 mm/s). Tijdens de vorige MER zandwinning is voor deze twee fracties een verdeling 50:50 aangehouden. Hierbij worden zowel korrelgroottes als valsnelheden gebruikt, beide parameters kunnen dus als input dienen voor het model. Waarbij het gebruik van valsnelheden voor de fractie $< 63 \mu\text{m}$ de voorkeur heeft, maar dan wel van het oorspronkelijke materiaal. Het heeft de voorkeur om de natuurlijke situatie in alle experimenten zo goed mogelijk na te bootsen, zoals het hanteren van zoutwater gedurende de experimenten.

2.3 Vanuit aansluiting op historische datasets

In het (recente) verleden zijn veel korrelgrootte analyses op Noordzee-sedimenten uitgevoerd. Indien het vast te stellen meetprotocol zoveel mogelijk wordt afgestemd op deze historische metingen, kan de nieuwe dataset hiermee worden gecombineerd. Uit de database van de Nederlandse Geologische Dienst (DINO) zijn in totaal 11.026 individuele korrelgrootte bepalingen opgeslagen van Noordzee-sedimenten (Tabel 2.1). Deze historische dataset is goed te hergebruiken. Naast RGD/TNO zijn er veel partijen geweest die in het verleden meetcampagnes voor korrelgrootte analyses hebben uitgevoerd op Noordzee-sediment. Vaak zijn de hierbij gehanteerde meetprotocollen niet altijd duidelijk en de data niet eenvoudig beschikbaar (opgeslagen op verschillende plekken, in verschillend formaat). Dit maakt het moeilijk om het op te zetten meetprotocol hierop af te stemmen of deze data te hergebruiken.

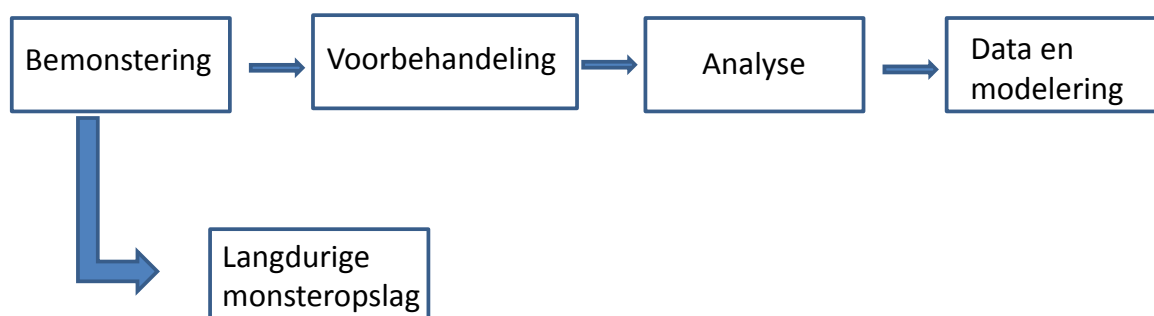
Tabel 2.1 Overzicht van de korrelgroottemetingen in de DINO database

Methode	Apparaat	Voorbehandeling				Uitvoerder	Nat	Droog	Onbekend
		A	B	C	D				
Laser/Licht diffractie	Malvern Mastersizer 2600L	690				GeoSea Consulting Ltd			Afzeven >2000 µm
Laser/Licht diffractie	Malvern Mastersizer 2000	317		494		TNO-NITG		317	494
Laserdiffractie	Malvern			873					873
Laserdiffractie + zeven				7624					
Deeltjes-telmethode	Haver CPA		152			TNO, B&O			
Zeefmethoden	Zeven				740	RGD			
Sedimentatiemethoden	Zeven + Pipet				136	RGD			
		1007	152	8991	876				

A = Geen voorbehandeling uitgevoerd; B = Stoofdroog; C = Onbekend; D = Verwijdering kalk en organisch materiaal

3 Bemonstering, voorbehandelingen en analysemethode

Voor de bepaling van een korrelgrootte zijn de verschillende stappen in het proces van de bemonstering tot aan de analyses en wat voor een soort resultaat de betreffende methode geeft van belang (Figuur 3.1).



Figuur 3.1 Verschillende stappen in het proces van de korrelgrootte analyse

Er zijn meerdere methoden beschikbaar voor de bemonstering en de bepaling van de korrelgroottes, al dan niet met voorbehandeling. Vaak wordt voor de fractie $>63 \mu\text{m}$ een andere methode gebruikt dan voor de fractie $< 63 \mu\text{m}$. De resultaten van de fijne fractie kunnen verschillend zijn afhankelijk van de gebruikte methode. Deze verschillen komen voort uit de verschillende detectietechnieken of gehanteerde scheidingstechnieken bij vooral kleine korrelgroottes ($< 12 \mu\text{m}$). Er kan niet gesproken worden over beter of slechter, maar alleen van anders.

Daarnaast is de voorbehandeling van het monster ook van grote invloed op de korrelgrootte; zo is het wel of niet verwijderen van schelpen en/of organisch stof van groot belang.

Veelal wordt in de praktijk gebruik gemaakt van een combinatie van technieken omdat het met één techniek niet mogelijk is om zowel van de fijne als van de grove fractie een goede verdeling te maken. In principe kan de laserdiffractie techniek dit wel, maar het is zeer de vraag of dit de gewenste nauwkeurigheid in het veronderstelde meetbereik kan halen.

De verschillende stappen die plaatsvinden zijn in interviews voorgelegd aan de volgende experts:

- Arjan Wijdeveld (Deltares)
- Johan Pennekamp (Deltares)
- Gerlinde Roskam (Deltares)
- Miguel de Lucas Pardo (Deltares)
- Maria Ibanez (Technische Universiteit Delft en Deltares)
- João Trabucho Alexandre (Universiteit Utrecht)
- Ronald Harting (TNO)
- Sytze van Heteren (TNO)
- Onno Epema (CIV, RWS)

- Ingrid Bakker (CIV, RWS)
- Gerard Klaver (oud RGD en oud-TNO).

De interviews zijn afgenomen door Marc Verheul, Deltares. Hij heeft zelf 5 jaar ervaring met korrelgrootte analyses binnen Deltares. Tijdens de interviews zijn de ervaringen met verschillende voorbehandelingen en korrelgrootte analyses besproken. Hierbij is ingegaan op wat voor een soort resultaat de analyse oplevert en wat de voor- en nadelen van de verschillende methodes zijn.

In dit hoofdstuk worden kort de meest gangbare voorbehandel- en analysemethoden voor de bepaling van de korrelgrootteverdeling besproken met daarbij de voor- en nadelen. In Bijlage A staat een gedetailleerde beschrijving van de verschillende methoden.

3.1 Bemonstering

Voorafgaande aan de bemonstering worden de boorkernen beschreven en gefotografeerd. Deze beschrijving zal voor het project de classificering aangehouden worden gebaseerd op de NEN 5104 aangevuld met enkele parameters welke van belang zijn bij de geologische interpretatie van de boringen, Deze aanvullende parameters komen uit de SBB, de standaard boorbeschrijfmethode van TNO. De NEN classificatie is opgenomen in Bijlage B. Uit de boorbeschrijving komt naar voren of het op het oog homogeen of heterogeen materiaal betreft met verschillende silt-laagjes tussen het zand. Het is echter zeer de vraag of alle relevante variatie met het blote oog direct zichtbaar is. De moeilijkheid van het bemonsteren zit in de representativiteit van de genomen monsters, dit speelt met name een rol bij het bepalen van de fractie < 63 μm . Bij het opensnijden, beschrijven en bemonsteren van de boorkern ligt deze horizontaal op de beschrijftafel. Een kleine verstoring (bijvoorbeeld door aanstoten/schudden van boorkern) kan al leiden tot andere korrelgrootte resultaten, doordat de fijne fractie dieper naar onderen zakt. Dit proces zal naarmate het monster droger wordt relevanter worden. Bij bemonstering van het oppervlak van de boorkernhelft worden deze deeltjes niet/minder bemonsterd, waardoor de fijne fractie wordt onderschat. Dit risico bestaat ook bij het doorsnijden van de kern en het geringe uitdrogen tijdens het beschrijven Bij elke handeling met de monsters zal dit effect groter worden. Dit proces zal ook optreden als na transport naar het laboratorium maar een deel van het monster in behandeling genomen wordt. Dit moet dus te allen tijde voorkomen worden.

Een boorkern kan gericht bemonsterd worden waarbij specifiek heterogene lagen worden bemonsterd. Hierbij wordt inzicht verkregen in de specifieke lagen maar is niet, of minder representatief, voor het gehele boorkern stuk. Monsters kunnen ook "random" worden gezet, waarbij vooraf is bepaald waar een monster genomen wordt. Hierbij wordt niet gestuurd op heterogeniteit maar op het nemen van een zo representatief mogelijk monster van het gehele boorkern stuk.

Het bemonsteren van de boorkern kan op drie manieren gebeuren (Tabel 3.1). Het nemen van een monster van de gehele kern (1) is het meest representatief maar levert voor de meeste methoden een te groot monster op waardoor er toch een representatief deelmonster gemaakt moet worden en dat is lastig. Alternatief is het nemen van een mengmonster (2) of het nemen van een (gericht) individueel monster (3) van een stukje kern.

Een mengmonster geeft een gemiddelde samenstelling over de gehele boorkern Hierbij bestaat het risico op bias als steeds dezelfde type laagjes worden bemonsterd. Dit kan voorkomen

worden door de verschillende monsters random te nemen waarbij vooraf bepaald is op welke diepte de kolom bemonsterd wordt.

Een monster genomen op één diepte geeft geen informatie over de gemiddelde samenstelling van de boorkern maar geeft juist de mogelijkheid individuele lagen te bemonsteren. Naarmate het bemonsterde traject toeneemt, zal ook met deze bemonsteringsmethode de gemiddelde eigenschappen van dat traject opleveren.

Tabel 3.1: Verschillende bemonsteringsmanieren met voor en nadelen

Soort monster	Bemonsteringsmethode	Voordelen	Nadelen
Gehele boorkern	Gehele boorkern in monsterzak of -pot gedaan	- Meest representatief	- Geen aparte bemonstering heterogene lagen - Groot/lomp monster om op te werken - kost veel extra tijd om alles te verwerken
Mengmonster	Schaafmonster: laagjes van bepaalde lengte op vastgestelde dieptes worden afgeschaafd en bij elkaar gevoegd, tot het gewenst gewicht/volume	- Afgestemde hoeveelheid op de analyse - Afwisselende klei en zand laagjes in heterogeen pakket worden bemonsterd - Representatief voor de gemiddelde samenstelling van gehele kern	- Geen aparte bemonstering heterogene lagen - Risico voor bias als monster niet random worden genomen - Meer handelingen om monster te nemen
	Specifieke diepte bemonsteren: op verschillende plekken wordt plakjes uit de boorkern gesneden en bij elkaar gevoegd	- Geeft hoeveelheid monstermateriaal dat ineens opgewerkt kan worden - Representatief voor de gemiddelde samenstelling van gehele kern	- Geen aparte bemonstering heterogene lagen - Risico voor bias als monster niet random worden genomen - Meer handelingen om monster te nemen
Individueel monster van gedeelte kern	Schaafmonster	- Geeft hoeveelheid monstermateriaal dat ineens opgewerkt kan worden - Snelle manier van bemonsteren - Afwisselende klei en zandlaag laagjes in heterogeen pakket worden bemonsterd	- Representatief voor deel van de kern - Aparte bemonstering heterogene lagen mogelijk - Risico voor bias als monster niet random
	Specifieke diepte bemonsteren waarbij op één plek een plakje uit de kern wordt gesneden	- Geeft hoeveelheid monstermateriaal dat ineens opgewerkt kan worden - Snelle manier van bemonsteren	- Representatief voor deel van de kern - Risico voor bias als monster niet random worden genomen - Eén specifiek laagje wordt bemonsterd - Aparte bemonstering heterogene lagen mogelijk

Voor de verschillende analysetechnieken zijn verschillende hoeveelheden materiaal nodig (Tabel 3.2), dat opgewerkt moet worden om tot voldoende monstermateriaal te komen voor de analyse. De hoeveelheid te nemen monster moet hier dus specifiek op worden afgestemd. Het is immers essentieel dat na bemonstering het gehele monster in behandeling wordt genomen om de representativiteit te borgen.

Tabel 3.2 Benodigde hoeveelheid monstermateriaal dat in behandeling moet worden genomen

Techniek	Te analyseren fractie	Op te werken uitgangsmateriaal	Hoeveelheid op te werken uitgangsmateriaal
Zeefkromme	2000-63 μm	2000-63 μm	~100 gram
Sedigraaf	< 63 μm	2000-63 μm	100-300 gram
Malvern onbehandeld (directe analyse)	2000-63 μm	Fijn zand of fijner	1 – 2 gram
(voor opwerking)	2000-63 μm	Half grof – fijn zand	10-15 gram
(voor opwerking)	2000-63 μm	Grof zand – grind	1-1.5 kilogram

3.2 Monstervoorbehandeling

De keuze om de monsters wel of niet voor te behandelen wordt bepaald door de gestelde onderzoeksvraag. Het kan zijn dat hiervan afgeweken moet worden vanwege de gekozen analysetechniek. De consequenties hiervan zullen dan in de beantwoording van de onderzoeksvraag meegewogen moeten worden.

In essentie worden sedimentmonsters voorbehandeld omdat ze veelal bestaan uit een mengsel van verschillende materialen (kwarts, klei, kalk, organisch, ijzeroxides en allerlei andere mineralen), waarvan de chemische- en fysische eigenschappen zeer divers zijn en daardoor de korrelgrootteverdeling maar ook de korrelgrootte analyse sterk kunnen beïnvloeden.

Zo kan kalk- en organisch materiaal aanwezig zijn als fijn, bindend materiaal in de slib- en zandfractie, maar kan kalk ook als grote schelpen en schelpresten voorkomen. Kalk en organisch materiaal zijn vaak minder hard, waardoor ze makkelijker verwerken/ cementeren in het sediment. Dit heeft invloed op de korrelgrootte verdeling van het monster.

Afhankelijk van de gekozen meetmethode voor korrelgrootteverdelingen zijn een aantal voorbehandelingstechnieken van invloed op je meettechniek. In Tabel 3.3 staat een overzicht met de voor- en nadelen van de potentiële voorbehandelingstechnieken, uitgesplitst in fysische en chemische voorbehandelingsmethodes.

Bij alle methodes is het afzeven op 2 mm een gangbare stap om grove delen, zoals schelpen en stenen, te verwijderen. In sommige voorbereidings-protocollen worden monsters in een ultrasoon bad voorbereid, of op een andere wijze geschud, zodat samengeklonterde deeltjes uiteen vallen. Het wel of niet uitvoeren van een dergelijke stap en de intensiteit en duur ervan zal invloed hebben op de gemeten korrelgrootte (Prins & Stuit, 1999). Vooral bij de korrelgroottebepaling van cohesieve (klei)deeltjes en fragiele kalkdeeltjes, zoals schelpen van eencellige organismen, zal deze voorbereidende stap de korrelgrootte-verdeling sterk beïnvloeden.

Als chemische voorbehandeling wordt ondermeer een behandeling met waterstofperoxide toegepast waarbij het organisch materiaal wordt verwijderd. Daarna volgt een behandeling met zoutzuur om aanwezige carbonaten (kalk) in oplossing te brengen. Dit wordt gedaan als een korrelgroottebepaling van alleen het siliclastisch materiaal van belang is en niet van de overige deeltjes. Naast waterstofperoxide en zoutzuur worden er ook mildere chemicaliën gebruikt, deze verwijderen ook het organisch materiaal en kalk, maar tasten de kleifraction minder aan.

De genoemde voorbehandelingsstappen beïnvloeden in meer of mindere mate het te analyseren monster en daarmee dus de gemeten korrelgrootte.

Voor alle technieken zijn er gestandaardiseerde voorbehandelingsmethodes opgesteld (NEN-protocollen).

Tabel 3.3 Voor- en nadelen van de voorbehandeling

Voorbehandel-methode	Data resultaat	Voordeel	Nadeel
Chemische voorbehandeling			
Geen	Oorspronkelijk materiaal	- Blijft het dicht in de buurt van het oorspronkelijke materiaal	- Data minder reproduceerbaar - Deel van de meettechnieken is berekend op voorbehandeling
Behandelen met 10% HCl, 35% H ₂ O ₂ en peptisator voor verwijdering kalk, organisch stof en scheiden kleideeltjes	Analyse siliclastisch materiaal	- Goede reproduceerbaarheid - Gangbare methode TNO, RGD, RWS - NEN-norm 5754 beschikbaar	- Sluit minder aan bij natuurlijk materiaal - Beïnvloed klei, andere mineralen - Bewerkelijk - Gebruik potentieel gevaarlijke chemicaliën
Alleen peptisator (fosfaat)	Subfractie van klei wordt losgemaakt	- Blijft redelijk bij het oorspronkelijke materiaal - Standaard procedure baggersector	- Subfractie disperseert - Fosfaat reageert matrix afhankelijk - Data minder reproduceerbaar
Azijazuur extractie	Oorspronkelijk materiaal zonder kalkdeeltjes	- Mildere extractie voor verwijdering kalk	- Bewerkelijke methode - Nauwelijks toegepast in de praktijk - Kost meer tijd
Fysische voorbehandeling			
Zeven Droog/ Nat	Zand fractie verdeling tot fractie < 63 µm	- Homogeniseert - Grotere hoeveelheden ineens op te werken	<i>Droog:</i> - tot max 63 µm <i>Nat:</i> - moet voorzichtig gebeuren om veranderingen aan materiaal te voorkomen en daardoor tijdrovend
Uitstoken op 500 °C om organisch materiaal te verwijderen	Monster zonder organisch materiaal	- Niet erg bewerkelijk - Geen chemicaliën nodig	- Geen grootschalige toepassing - Heeft effect op mineralogie van grove fractie - Aragoniet (amorf carbonaat uit schelpen), sideriet (ijzercarbonaat) ontgast, waardoor pH omhoog kan naar pH 14 - Gedeeltelijke klei ontwatering, onherstelbare mineralogische omzettingen.
Drogen: 40 °C, 105 °C, vriesdroog (< 63 µm) na zeven	Gedroogd materiaal voor verdere opwerking	- Niet erg bewerkelijk - Geen chemicaliën nodig	- Extra stap dus extra tijd - Zorgt potentieel voor korrelgrootte fractionering in het monster

3.3 Analysemethodes korrelgrootteverdeling

Traditioneel wordt er een combinatie van verschillende zeven voor de grove fractie tot 63 μm toegepast en vanaf 63 μm de pipetmethode die gebruik maakt van de sedimentatiesnelheid van het materiaal. Deze technieken worden vaak als de beste methodes beschouwd, en methodes die afwijkende resultaten geven ten opzichten van deze traditionele methode als minder betrouwbaar. Objectief gezien kan er echter niet gesproken worden van beter of slechter, maar slechts van anders, aangezien alle methode beperkingen hebben. Een deeltje kan immers meerdere korrelgroottes hebben.

In grote lijnen zijn er 4 categorieën van methoden om de korrelgrootteverdeling van sediment te bepalen:

1. Zeefmethoden
2. Sedimentatiemethoden (pipet, hydrometer, röntgendiffractie (Sedigraaf))
3. Deeltjes- telmethode (licht- en elektronenmicroscopie, Coulter counter, Haver & Boecker CPA)
4. Laser/Licht diffractie methoden (Malvern)

In tabel 3.3 staat een overzicht van de verschillende beschikbare methodes voor de bepaling van de korrelgrootte verdeling met daarbij de voor- en nadelen van de verschillende methodes.

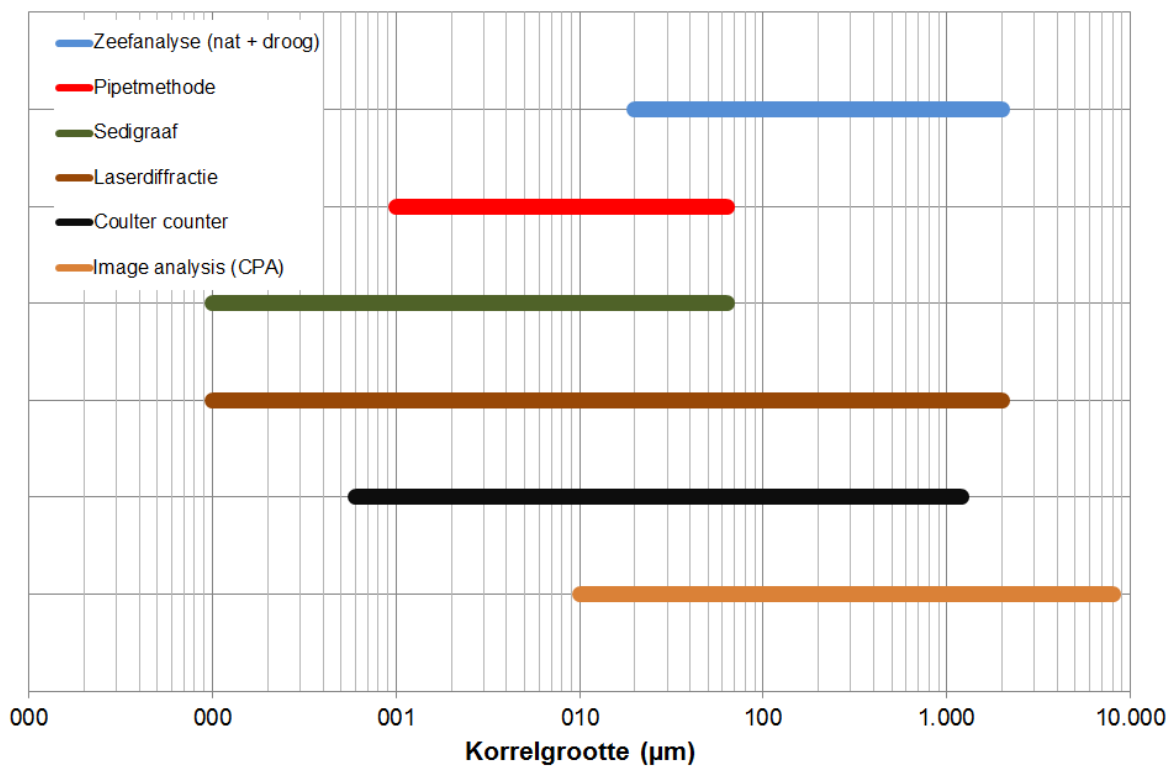
Tabel 3.4 Overzicht beschikbare methodes voor bepaling korrelgrootte verdeling met voor- en nadelen van de voorbehandeling

Analysemethode	
<p>Zeefkromme: Met behulp van zeven met verschillende diameters wordt de korrelgrootte verdeling bepaald. Zeven kan gebeuren op nat of vooraf gedroogd materiaal. De grovere fracties worden over het algemene droog gezeefd. De fractie, < 63 µm moet nat worden gezeefd. Hierbij kan nat of droog materiaal op de zeef worden gebracht en met vloeistof worden gespoeld totdat het water helder is. Resultaten zijn massa percentage droogstof.</p>	
Voordeel	Nadeel
<ul style="list-style-type: none"> - Analyse grote hoeveelheid monstermateriaal (>100g) - Vooral geschikt voor fractie > 63 µm - Makkelijk opschalen naar meerdere zeefopstellingen - Standaard techniek - Gangbare praktijk baggersector - NEN 2560 en standaard RAW2010 proef 11 beschikbaar 	<ul style="list-style-type: none"> - Tijdsintensief, expert inschatting 1-1.5 uur per monster - Afhankelijk van hoe je zeeft, heeft het invloed op het materiaal en de fijne fractie (nat/droog, mechanisch beïnvloeding)
<p>Sedigraaf: (geautomatiseerde vervanger van de pipetmethode): Met behulp van röntgendiffractie worden de sedimentatiesnelheden van deeltjes met een grootte van 1 tot < 63 µm gemeten die vervolgens worden omgerekend naar korrelgrootte. Monsters kunnen onvoorbehandeld of met chemische voorbehandeling gemeten worden. Standaard methode is met voorbehandeling met peptisator om kleideeltjes te dispergeren. Om korrelgrootte siliclastisch materiaal te meten wordt chemische voorbehandeling toegepast met H₂O₂ (verwijderen organisch stof, HCl (verwijderen kalk) en peptisator. De rapportage eenheid is sedimentatiesnelheden van de deeltjes of massa percentage van de korrelgrootteverdeling.</p>	
Voordeel	Nadeel
<ul style="list-style-type: none"> - Bij voorbehandeling overeenkomstige fractie < 2 µm (0,1 -63 µm) met pipetmethode - Isonorm ISO 13317-3:2001 - Meting van geconcentreerd monster waardoor nauwkeurigheid wordt vergroot - Bepaald de sedimentatiesnelheid; de gewenste parameter voor model. (korrelgrootte is slechts de afgeleide parameter) - Mogelijkheid om valsnelheden te rapporteren i.p.v. korrelgrootte - Meting kan uitgevoerd worden met zeewater (matrix matching met natuurlijk systeem) 	<ul style="list-style-type: none"> - Tijdsintensief door zeven en voorbehandelen - Twee verschillende sedigrafen kunnen verschillende data geven, onderlinge vergelijking noodzakelijk - Detectie (dmv dichtheidsverschillen) ongevoelig voor m.n. organisch materiaal, waardoor een deel van het monster geen informatie geeft - Voor de omrekening wordt gebruik gemaakt van Stokes Law, deze gaat niet op bij kleideeltjes
<p>Laser Diffractie (Malvern): Op basis van verstrooiing van laser licht wordt de korrelgrootte verdeling bepaald van deeltjes van 0,02 µm tot 2000. Monster kunnen zowel (chemisch) voorbehandeld als zonder voorbehandeling gemeten worden. De rapportage eenheid is volume percentage</p>	
Voordeel	Nadeel
<ul style="list-style-type: none"> - Groot bereik in korrelgrootte verdeling - Voorbehandeling niet noodzakelijk - Nat materiaal kan direct gemeten worden - Kleine hoeveelheid materiaal nodig 	<ul style="list-style-type: none"> - Meet korrelgrootte ipv valsnelheden dus voor modelering is omrekening nodig - Black box systeem, niet precies bekend wat er gebeurt - Optische modellen waarmee data worden geïnterpreteerd gaan uit van mooie bolletjes, werkelijkheid zijn het geen bolletjes

<ul style="list-style-type: none"> - Snelle meting - Blijft dicht bij het natuurlijke materiaal - Meting kan uitgevoerd worden met zeewater (matrix matching met natuurlijk systeem) - Isonorm ISO 13320:2009 	<ul style="list-style-type: none"> - Minder geschikt voor deeltjes < 2 µm - Bij gebruik van heel monster kan onderschatting fractie < 63 µm optreden vanwege blanking - Voor fractie < 63 µm externe validatie van te hanteren algoritme nodig - Elke Malvern levert ander resultaat, bij inzet meerdere systemen onderling vergelijk noodzakelijk
<p>Haver en Boecker microscopie: geautomatiseerde image analysis system waarmee korrelgrootte en vorm bepaald kunnen worden van deeltjes van 10 tot 8000 µm. Voor analyse moet het materiaal stoofdroog zijn.</p>	
<p>Voordeel</p> <ul style="list-style-type: none"> - Geen chemische voorbehandeling nodig - Snel - Geeft inzicht in deeltjesvorm - Grote hoeveelheden achter elkaar kunnen gemeten worden 	<p>Nadeel</p> <ul style="list-style-type: none"> - Niet standaard gebruik voor korrelgrootte verdeling - Wordt weinig toegepast - Ongevoelig voor de fijne fractie en daardoor voornamelijk geschikt voor zandmonsters en - Bij monsters uit verschillende gebieden is steeds kalibratie nodig aan de hand van een zeefkromme -korrels worden eenmalig gemeten -korrels achterelkaar worden als een korrel gezien
<p>Coulter counter: Met behulp van veranderingen van elektrische weerstand in een vloeistof worden deeltjes geteld en op korrelgrootte geanalyseerd van deeltjes van 0,6 tot 1200 µm.</p>	
<p>Voordeel</p> <ul style="list-style-type: none"> - Geen voorbehandeling nodig 	<p>Nadeel</p> <ul style="list-style-type: none"> - Weinig gebruikt voor bepaling korrelgroottes van sediment - Toepassing voor lage concentratie deeltjes
<p>Sedimentatiekolom (valkolom): In een kolom met (zee) water wordt de sedimentatiesnelheid (settling gedrag) van deeltjes gemeten, doormiddel van een balans wordt een gewichtstoename in de tijd geregistreerd.</p>	
<p>Voordeel</p> <ul style="list-style-type: none"> - Validatie van fractie 63 µm - Bepaald de sedimentatiesnelheid; de gewenste parameter voor model. - Meting kan uitgevoerd worden met zeewater (matrix matching met natuurlijk systeem) -Niet afhankelijk van de dichtheid van het ingebrachte materiaal 	<p>Nadeel</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tijdsintensief (Doorlooptijd experiment minimaal 2 dagen) - Experimentele methode daardoor niet gangbaar

3.4 Korrelgrootte (range) van besproken technieken

De verschillende technieken hebben een verschillende range in korrelgroottes die gemeten kunnen worden. In Figuur 3.2 is een samenvatting gemaakt van de korrelgrootte ranges van de meest gangbare analysetechnieken, zoals die in de voorgaande paragraaf zijn besproken.



Figuur 3.2 Ranges van korrelgroottes die door de verschillende methodes worden gemeten in μm

Met laserdiffractie en de Coulter counter kan zonder uitgebreide voorbehandeling nagenoeg het gehele korrelgrootte spectrum van 2 mm tot 0.1 μm gemeten worden. Alle andere technieken vereisen minimaal twee afzonderlijke technieken om zowel iets over de zandfracties als siltfracties te kunnen zeggen.

4 Overwegingen bij voorstel monster en meetprotocol

De vaststelling van het monster en meetprotocol wordt gestuurd door de twee doelen van het project. Voor het eerste doel (kwaliteit van het zand) is voornamelijk de fractie van 2000 tot 63 μm van belang waarop een korrelgrootteverdeling wordt uitgevoerd. Bij doel 2 (effecten op het milieu) gaat het voornamelijk om de fractie $< 63 \mu\text{m}$ omdat dit de fractie is die vertroebeling veroorzaakt. Daarnaast is het van belang dat zo goed mogelijk rekening wordt gehouden met de situatie tijdens de zandwinning. Hierbij wordt de bodem in lagen van ca. 0,5 meter afgezogen en komt er op het sediment een schuifkracht te staan die wat invloed heeft op de deeltjes. Deze kracht zal de deeltjes echter niet helemaal uiteen laten vallen zoals met de chemische voorbehandelingen gebeurt.

Op 1 juli 2016 is een workshop georganiseerd met experts om gezamenlijk te komen tot een bemonsterings- en analysemethode die het meest geschikt zijn voor de beantwoording van de beide doelen. Tijdens de workshop is gediscussieerd over welke methodes van bemonstering, voorbehandeling en analyse het meest geschikt zouden zijn. Aanvullend zijn de verschillende mogelijkheden voor de opslag van (reserve)monster materiaal van de boorkernen besproken.

Bij de workshop waren de volgende mensen aanwezig:

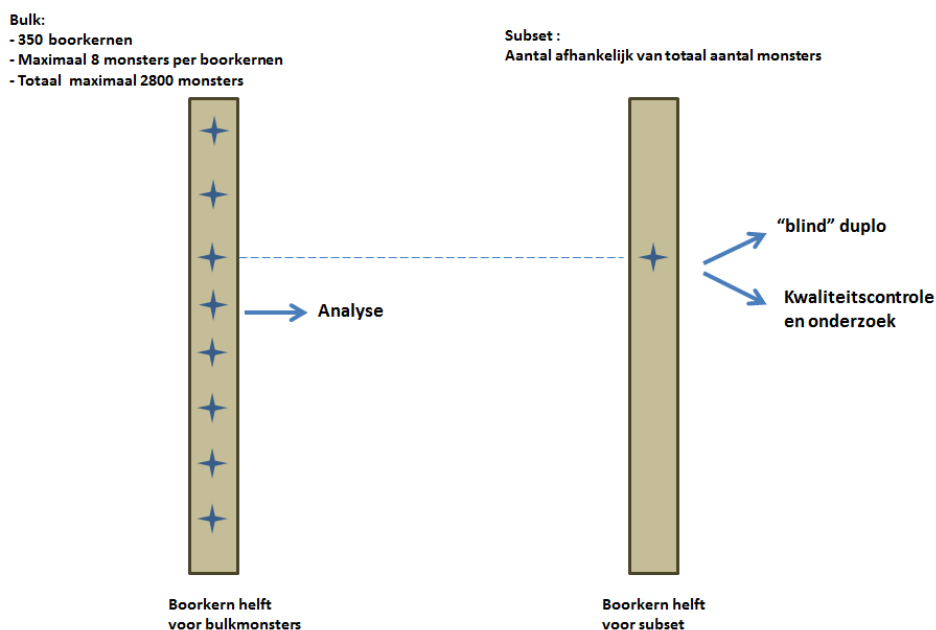
- Dr. João Trabuco – Assistent Professor Sedimentologie, Universiteit Utrecht
- Dr. Marcel Rozemeijer – Wetenschappelijk Onderzoeker bij IMARES
- Dr. Jelmer Cleveringa – Senior Consultant Kustmorfologie, Arcadis
- Dr. Sytze van Heteren – Kust en Marien Geoloog, Geologische Dienst van Nederland, TNO
- Drs. Arjan Wijdeveld – Hoofd Experimenteel Laboratorium, Deltares
- Drs. Laura Vonhögen-Peeters – Senior Onderzoeker Kustsystemen, Deltares
- Dr. Jasperien de Weert – Hoofd Microbiologische en Geochemisch Laboratorium, Deltares
- Drs. Marc Verheul – Geochemisch Onderzoeker, Deltares
- Dr. Harry Veld – Senior Geoloog en Organisch Geochemisch Onderzoeker, Deltares

4.1 Boringen en monsteraantallen in Fase 2

Om te komen tot het meest geschikte bemonsterings- en analyseprotocol is het van belang dat dit past bij de werkzaamheden die uit worden gevoerd in Fase 2 en het aantal boorkernen dat daarbij gestoken wordt.

In Fase 2 worden er maximaal 350 boorkernen gestoken van maximaal 8 meter. Deze worden aan boord van het schip in kernen van 1 meter gesneden en afgedopt. Bij binnenkomst bij Deltares worden de kolommen over de lengte doorgesneden, gefotografeerd en beschreven. Van één kernhelft worden monsters genomen waarbij per boorkern maximaal 8 monsters worden genomen (Figuur 4.1). In totaal zijn dit maximaal 2800 monsters, in dit rapport verder aangeduid als bulkmonsters, die geanalyseerd dienen te worden. Van maximaal 2 monsters per kern (totaal 700 monsters) wordt de fractie $< 63 \mu\text{m}$ gekarakteriseerd. Daarnaast wordt er een kwaliteitscontrole en nader onderzoek uitgevoerd, waarvoor van enkele van de andere kernhelften monsters worden genomen, aangeduid als subsetmonsters. Van deze subsetmonsters zal een deel van de monsters als duplo van de bulkmonsters “blind” worden geanalyseerd. Dat betekent dat diegene die de analyses uitvoert niet weet van welk monster dit een duplo is.

Tevens zal op een ander deel van de subsetmonsters een vergelijkbare duplo meting door Deltares worden uitgevoerd als kwaliteitscontrole. Deze worden monsters ook gebruik worden voor detailonderzoek. Dit onderzoek wordt uitgevoerd om enkele analysetechnieken nader te onderzoeken en met elkaar te vergelijken, met als doel de resultaten van de bulkmonsters te valideren. Deze data worden ook gebruikt als validatie voor de inputdata voor het verspreidingsmodel.



Figuur 4.1: Voorbeeld van bemonstering van kernhelften voor bulkmonsters en subsetmonsters voor kwaliteitscontrole en onderzoek. Monster posities in boorkern voor bulkmonsters is fictief

4.2 Voorgestelde bemonstering

4.2.1 Bemonsteringmethode

De manier voor het nemen van een monster is mede afhankelijk is van de hoeveelheid materiaal dat nodig is voor de verdere analyse(s). Voor een Malvern-analyse zijn maar enkele grammen nodig en zou kunnen worden volstaan met een klein hapje uit de kern. Hiervan was men echter van mening dat dit niet erg representatief zou zijn voor de gehele meter. Een tweede mogelijkheid is om de gehele kern te bemonsteren. Dit levert echter dusdanig veel monster materiaal waaruit weer een representatief deelmonster genomen zou moeten worden voor een analyse, wat niet heel erg eenvoudig is. Als derde mogelijkheid werd naar voren gebracht om van een deel van de kernhelft een monster te nemen, bijvoorbeeld door het nemen van een schaaftmonster of door de bemonstering van een specifieke diepte van de kern. Dit geeft de hoeveelheid materiaal die gemakkelijk opgewerkt kan worden voor de analyse en die vrij representatief is voor het materiaal in de meter van de kern. Tijdens de workshop ging de voorkeur uit naar het nemen van een deelmonster van de kern waarbij een schaaftmonster werd geprefereerd boven het nemen van een schijf van een specifieke diepte, zolang dit maar random gebeurd. Want ondanks dat met een schaaftmonster maar een klein deel van de kern wordt

bemonsterd worden wel heterogene laagjes bemonsterd. Vanwege de grote aantallen monsters geeft dit een representatief beeld van de aanwezige siltfractie in de zandwingebieden.

4.2.2 Bemonsteringsdiepte

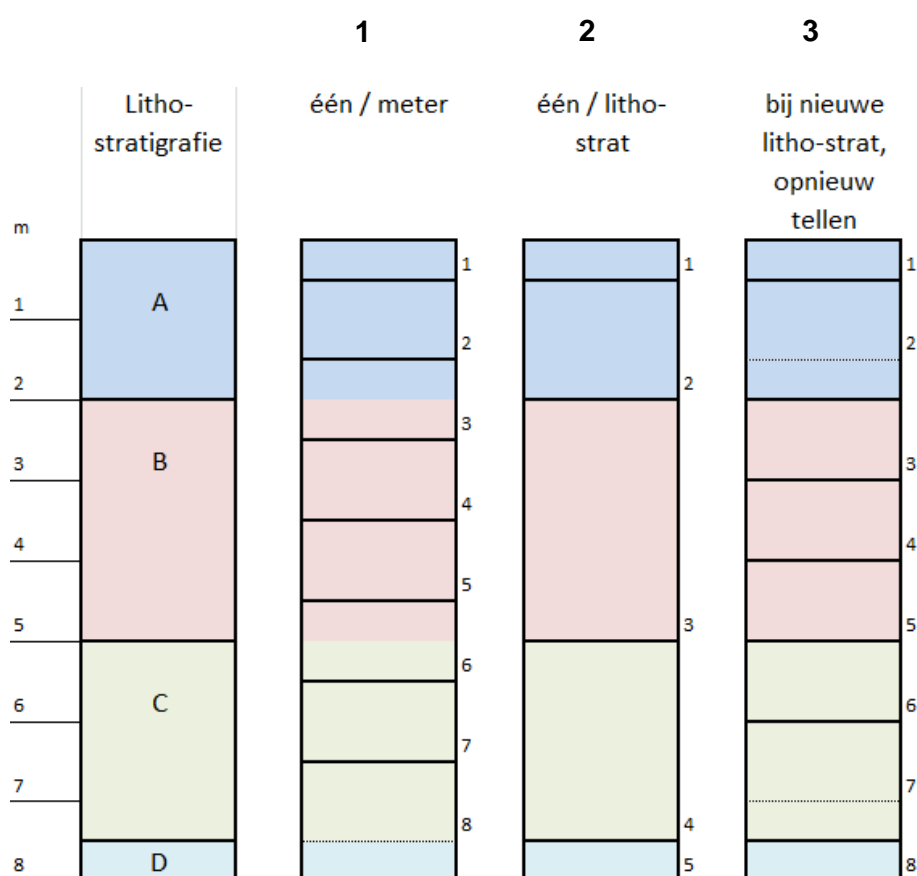
Een totale kern bestaat uit ca. 7 meter, waarvan de bovenste 50 centimeter behoort tot de actieve laag dat af kan wijken van de rest van de kern. Hiervan is voorgesteld dat van deze laag een apart monster wordt genomen.

Daarnaast bestaat de kern mogelijk uit verschillende lithostratigrafische lagen die ook op verschillende manieren bemonsterd kunnen worden. De besproken opties voor de bemonstering zijn de volgende (zie ook Figuur 4.2)

Optie 1: Van de bovenste 50 cm en de daarop volgende meters wordt er per meter een monster genomen

Optie 2: Van de bovenste 50 cm en de daarop verschillende lithostratigrafische lagen per laag een monster

Optie 3: Van de bovenste 50 cm wordt een monster genomen en bij elke nieuwe lithostratigrafische laag wordt opnieuw bij 0 cm begonnen en wordt per laag per meter een monster genomen



Figuur 4.2: Verschillende bemonsteringsmogelijkheden voor boorkernen met verschillende lithografische lagen

Omdat de zuiger, die het zand uiteindelijk wint per 50 cm en hierdoor verschillende lithostratigrafische lagen tegelijkertijd opgezogen worden was men van meting dat een bemonstering van de lithografische lagen geen goed beeld zou geven van het mengmateriaal dat opgezogen zou worden. De voorkeur werd uitgesproken voor optie 1. Hierbij werd ook te kennen gegeven, om tot een zo representatief mogelijk beeld te komen, het schaafmonster van 15 cm willekeurig (random) van de meter genomen zou moeten worden, dus willekeurig op een van de diepte-intervallen van 5-20, 20-35, 35-50, 50-65, 65-80 en 80-95 cm. De bovenste en onderste 5 cm worden in ieder geval niet bemonsterd vanwege verstoring door het doorsnijden van de kolom. De kans bestaat dat een groter deel of zelfs de gehele boorkern is verstoord. Het monster zal dan nog steeds op de willekeurig bepaalde positie genomen worden. Bij elk genomen monsters zal daarom wel aanvullend gemeld worden in welke mate de ken op de positie van de bemonstering verstoord is geweest.

Overeengekomen is om deze willekeurige diepte-intervallen door de computer te laten bepalen. Hiervoor bestaan programma's waarin je de diepte-intervallen kan stoppen en per kerndeel een willekeurig interval laat bepalen.

Voor specifieke lithografische lagen kan nog wel een apart monster genomen worden dat geanalyseerd kan worden om specifieke informatie over deze laag te krijgen.

4.3 Analysemethode met of zonder voorbehandeling

4.3.1 Beperkingen met betrekking tot korrelvorm

De verschillende korrelgrootte technieken leiden tot verschillende resultaten en dit is vooral bij de fractie < 16 μm het geval. Dit heeft gedeeltelijk met de meetprincipes te maken, maar ook met de vorm van een deeltje. Kleideeltjes bestaan uit plaatsjes die, afhankelijk welke doorsnede als maatgevend wordt genomen, 10 μm of 0.01 μm doorsnee hebben.

Laser diffractie technieken versimpelen de lichtscatterdata naar een perfect sferisch bolletje, wat een versimpeling van de werkelijkheid is. Settling technieken (zoals de Sedigraaf) maken gebruik van de wet van Stokes, deze gaat echter niet op bij kleiplaatjes. Beide meetprincipes zijn daarom om verschillende redenen niet correct, maar ook niet fout, aangezien een partikel geen absolute korrelgrootte heeft. Echter historisch gezien bestaan de meest gebruikte methoden voor korrelgrootteanalyse uit een combinatie van mechanische methoden, zoals zeven voor de grove fractie (> 63 μm), met metingen van de valsnelheid door middel van pipet, voor de fijne fractie (< 63 μm).

4.3.2 Fractie > 2000 μm

Het grove materiaal (fractie > 2000 μm) hoort in de classificatie niet bij sediment. Besloten is om alle monsters eerst nat af te zeven op 2000 μm om sedimentfractie over te houden. Hierbij zal de afgezeefde fractie terug gewogen worden om inzicht te hebben in de hoeveelheid grof materiaal in een pakket. Deze massafractie kan alleen ter indicatie worden meegenomen, aangezien het monster te klein is om representatief te zijn.

4.3.3 Fractie 2000 μm – 63 μm bulkmonsters

Voor de fractie van 2000 tot 63 μm zijn twee methodes het geschikt; Laserdiffractie met de Malvern of een zeefkrommebepaling.

Een belangrijk argument om te kiezen voor het meten van niet-behandelde monsters is de verwachting dat niet-behandelde monsters het gedrag van sediment en dan met name de slibfractie ($< 63 \mu\text{m}$), in de natuurlijke omgeving beter beschrijven. Voor de MER is het van belang inzicht te hebben in effecten van het natuurlijke materiaal en verdient het de voorkeur om de monsters onbehandeld te analyseren.

Het gebruik van de Malvern verdient volgens de experts de voorkeur omdat dit een snelle methode is en dat een monster na afzeven op $2000 \mu\text{m}$ direct, onbehandeld in de Malvern kan worden gebracht voor analyse.

Het belangrijkste nadeel van de Malvern dat voor dit project aan de orde kwam is dat de hoeveelheid monstermateriaal dat wordt gebruikt in een Malvern klein is (enkele grammen). Dit maakt het moeilijk een representatief monster te nemen voor het gehele stuk van de boorkern. Daarnaast kan ook een onderschatting van de kleine fractie optreden omdat er "blanking" kan optreden als een geheel monster met een fractie van $0,1$ tot $2000 \mu\text{m}$ wordt geanalyseerd. Kleine deeltjes kunnen schuilgaan achter de grote deeltjes waardoor deze niet worden opgemerkt door de laser detector. Tevens is de dataverwerking van scatterplot naar korrelgrootte kritiek en zou voor dit monstertype gekalibreerd moeten worden. Om voor dit effect te corrigeren is het essentieel om een goede inschatting te kunnen maken hoe groot de fractie $< 63 \mu\text{m}$ is. Hiervoor is het nodig om deze fractie af te zeven en als validatiedata te gebruiken. Om voor het "blanking"-effect te corrigeren is het nodig om de fractie $< 63 \mu\text{m}$ apart in de Malvern te analyseren.

De zeefkrommebepaling is de standaard methode in de baggerindustrie om inzicht te krijgen in de verdeling van de zandfractie. Als belangrijk voordeel komt naar voren dat een grotere hoeveelheid materiaal opgewerkt, dat de representativiteit van het monster vergroot. Ook met deze methode kan een nat monster in bewerking worden genomen. Hierdoor kan het monster met zo min mogelijk verstoring worden opgewerkt. De bepaling van een zeefkromme kost echter veel meer tijd dan een Malvern analyse.

Omdat echter voor de Malvern ook gezeefd moet worden omdat inzicht in de fractie $< 63 \mu\text{m}$ erg belangrijk is voor het project en omdat deze methode standaard is voor de baggersector is het voorstel toch om op de bulkmonsters de korrelgrootte verdeling te bepalen door middel van een zeefkrommes.

Bij zeven schuren deeltjes tegen elkaar en kan er verandering optreden met deeltjes die wat aan elkaar geklonterd zitten. Bij de baggerwerkzaamheden treedt er ook een bepaalde schuifkracht op die invloed heeft op de deeltjes, en daarom wordt dit proces niet als nadeel beschouwd

4.3.4 Fractie $< 63 \mu\text{m}$ bulk

Het geniet de voorkeur deze fractie niet chemisch voor te behandelen. Het analyseren van de monsters waarin organisch stof (met H_2O_2 is verwijderd), de kalk (met HCl) en de kleideeltjes uitelkaar getrokken zijn van met peptisator geeft misschien wel een exacte korrelgrootteverdeling van het siliclastisch materiaal maar zegt niets meer over wat er in het veld tijdens het baggeren gebeurd.

Voor de korrelgrootteverdeling van de fractie $< 63 \mu\text{m}$ zijn twee methodes geschikt; de Malvern en de Sedigraaf.

In de Malvern kunnen onbehandelde monsters geanalyseerd worden, waarbij alle deeltjes worden gemeten, al gaat het met de fijne fractie ($< 16 \mu\text{m}$) niet helemaal correct.

De Sedigraaf meet de sedimentatiesnelheid en zoals in Hoofdstuk 2 is aangegeven is dit de parameter die in het vertroebelingsmodel wordt gebruikt. Echter de röntgenstraling meet geen organisch stof waardoor de omrekening naar korrelgrootte niet volledig goed gaat. De sedimentatiesnelheid is de te rapporteren parameter met de Sedigraaf bij onbehandelde monsters.

Vanwege de voordelen en nadelen van beide methodes is ervoor gekozen om monsters < 63 µm zowel te meten op de Malvern als op de Sedigraaf, omdat dit complementaire informatie oplevert. Malvern analyseert de korrelgrootte en de Sedigraaf bepaald de sedimentatiesnelheid van dit materiaal. Om de sedimentatiesnelheid goed te kunnen gebruiken dient de Sedigraaf analyse wel in (kunstmatig) zeewater te worden uitgevoerd.

Het is niet noodzakelijk om van alle monsters de fractieverdeling van de fracties tussen de 63 µm en 1 µm te bepalen. De bovenste laag, de actieve zone bevat mogelijk het meeste slib en van deze monsters van alle kernen zal een analyse worden gedaan op de fractieverdeling 63 µm. Daarnaast wordt er van de andere monsters per gehele kern random nog een monster gekozen om de fractieverdeling < 63 µm te bepalen. In totaal worden van 700 monsters de fractieverdeling < 63 µm nader bepaald. Op deze 700 monsters worden dus zowel onbehandelde Sedigraaf analyses (sedimentatiesnelheid) als onbehandelde Malvern analyses (korrelgrootte) uitgevoerd.

4.3.5 Onderzoeksmonsters

4.3.5.1 *Fractieverdeling zand*

De zandfractieverdeling (2000 µm tot 63 µm) in de bulkmonsters wordt met een zeefkromme bepaald. Met een zeef gaat de verdeling in grote stappen, afhankelijk van de zeven die worden genomen. De Malvern geeft een verdeling in veel meer stappen, standaard 20 verschillende fracties tussen de 2000 µm tot 63 µm. Een subset zal dan ook, na zeven op 2000 µm, direct op de Malvern worden geanalyseerd. Hierdoor is het mogelijk deze twee technieken voor de zandfracties te vergelijken. Dit is vooral interessant om de correlatie naar de data in de bestaande DINO dataset van TNO te kunnen maken.

4.3.5.2 *Chemische voorbehandeling*

Chemische voorbehandeling op de fractie kleiner dan 63 µm wordt uitgevoerd om kleinere deeltjes die zijn samengeklit tot grotere deeltjes uit elkaar te halen. De volledige voorbehandeling bestaat uit 3 stappen (H₂O₂, HCl en peptisator). Voor inzicht in wat voor deeltjes het precies betreft en wat het effect is van organisch stof en kalk op de deeltjesgroottebepaling en de valsnelheden is tijdens de workshopdiscussie aangegeven dat informatie hierover belangrijk is om meer inzicht te krijgen in de aard van het materiaal in de fractie < 63 µm. Waar bestaat het uit, maar ook hoe stabiel is het materiaal, wat gebruikt kan worden als input voor het vertroebelingsmodel. Vooral de beïnvloeding op de sedimentatiesnelheid is interessant, hierdoor zullen deze metingen op de Sedigraaf worden uitgevoerd in zeewater.

4.3.5.3 *Sedimentatiesnelheden onder natuurlijke condities*

De methodes die worden gebruikt werken met demi- of kraanwater. De baggerwerkzaamheden vinden plaats onder zoute omstandigheden en dit heeft effect op het gedrag van de slibfractie. Kleideeltjes vertonen namelijk ander gedrag onder zoute dan onder zoete omstandigheden. Deze techniek is complementair aan de Sedigraaf aangezien deze techniek ook gevoelig is voor organisch materiaal. Echter de doorlooptijd van de experimenten is minimaal 2 dagen, waardoor

het geen vervanging van de Sedigraaf kan zijn. Vanwege het geringe dichtheidsverschil tussen organisch materiaal en zeewater zal dit de fractie zijn die tot de grootste problemen leidt.

4.3.5.4 *Deeltjesvorm*

Zowel de zeefkrommebepaling als de meting met de Malvern levert geen informatie op over de korrelvorm van de zandfractie. Voor de toepassing van het zand is het belangrijk om te weten wat de korrelvorm is. Afgeronde korrels zijn meer geschikt voor zandsuppletie terwijl hoekig zand, ook wel scherpzand genoemd meer gewenst is voor betonzand.

Met microscopische detectie met een Haver & Boecker kan dit bepaald worden. Door in enkele boringen, van de overwegend zandige lagen, de korrelvorm te bepalen kan er een uitspraak worden gedaan waarvoor het zandpakket het meest geschikt is.

4.4 **Monsteropslag**

Gezien de beperkte voorbereidingstijd en de grote financiële investering in het halen van de monsters is er vanuit de opdrachtgever interesse om deelmonsters op te slaan. Dit "sedimentarchief" zou dan gebruikt kunnen worden voor additionele analyses naar aanleiding van dit onderzoek, of eventueel toekomstige onderzoeken. Het opslaan van monsters (nat, gedroogd, etc.) zal altijd veranderingen in het monstermateriaal geven.

Tijdens de workshop is besloten om 100 ml glazen potten te gebruiken om de monsters veldvochtig in op te slaan. Dezelfde dieptes worden bemonsterd als tijdens dit project, eventueel uitgebreid met specifieke interessante lagen. Dit geeft de minste veranderingen, zodat de monsters nog geschikt zijn voor zo veel mogelijk potentiële analyses.

5 Voorstel voor monster- en meetprotocol

5.1 Bemonstering voor analyse en monsteropslag

Het voorstel is om van de bovenste 50 cm een monster te nemen en van de daarop volgende 50 cm van hetzelfde boorkernstuk. Van de daarop volgende delen wordt per meter een monster genomen (Figuur 5.1). De monsters bestaan uit een schaaftmonster van 15 cm en zullen random van de verschillende meterstukken van de kolom worden genomen met een maximum van 8 monsters per kolom.

In totaal:

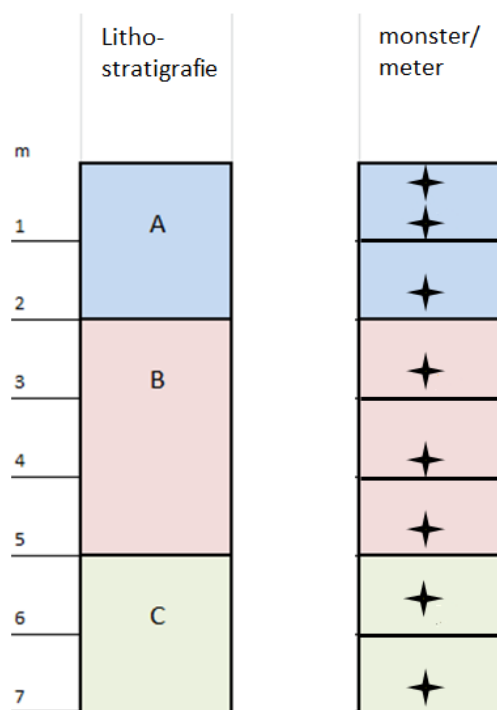
- 350 boorkernen

Beschrijving

- foto
- lithologische beschrijving
- stratigrafie

Bemonstering

- Schaaftmonsters van 15 cm
- Bovenste 50 cm twee monsters
- Per overige meter één monster
- Per kolomstuk bovenste en onderste 10 cm niet bemonsteren
- Max. 8 monsters per kolom
- Monster random nemen



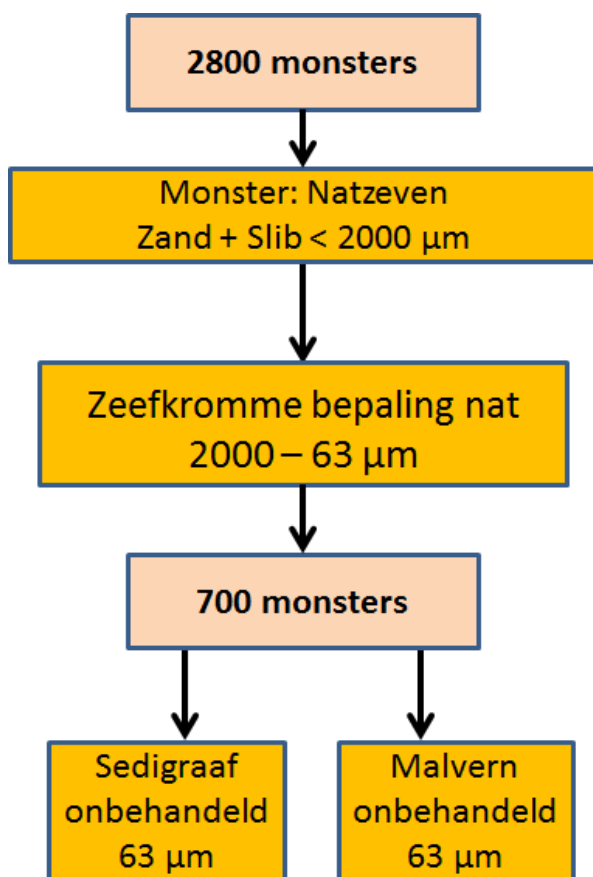
Figuur 5.1: Bemonstering van de kolommen

De monsterhoeveelheid wordt afgestemd met de gekozen analysetechniek, voor de zeefmonsters is dit 100 g. Het gehele monster moet in behandeling worden genomen bij de zeefanalyses. Deze monsters worden in monsterzakken van 200ml verzameld

Daarnaast moet een glazen pot van 100ml genomen worden op dezelfde diepte als het monster dat in behandeling genomen wordt. Deze monsters worden verzameld en gaan naar de opslag, zodat deze monsters voor kwaliteitsmetingen beschikbaar blijven.

5.2 Analyses op de bulk

In het onderstaande schema (Figuur 5.2) staat weergegeven welke analyses er uitgevoerd gaan worden op de bulk. Ter indicatie staan de maximale monsteraantallen naast het blokdiagram genoemd.



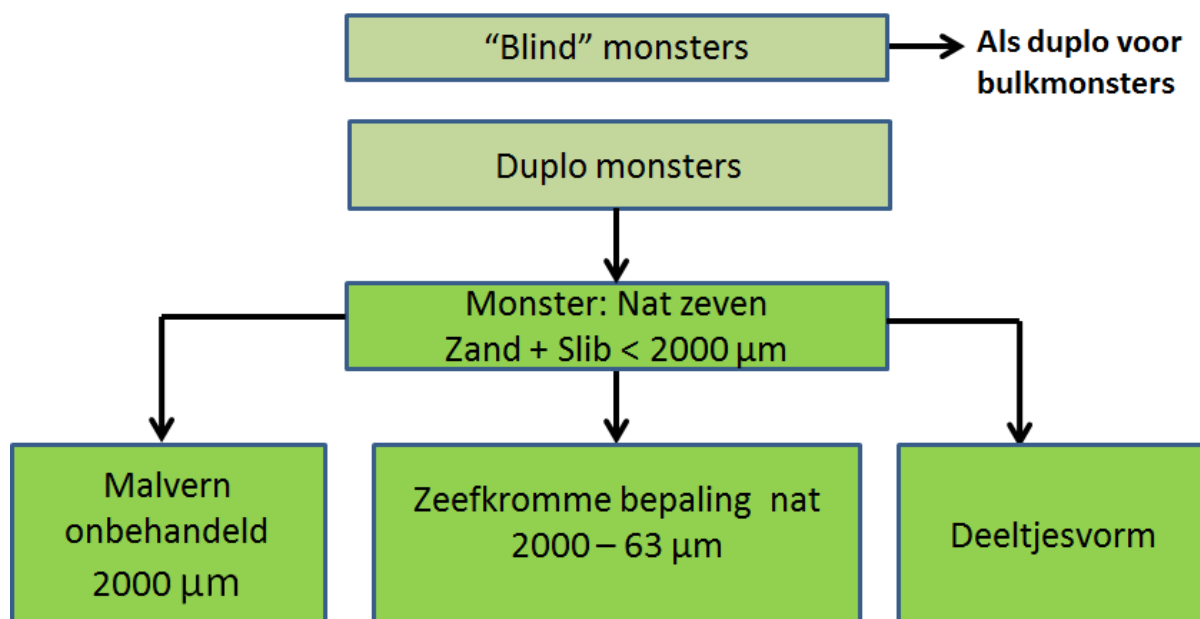
Figuur 5.2: Uit te voeren analyses op de bulk

De bulkmonsters worden nat gezeefd; na verwijdering van de < 63 µm en > 2000 µm wordt de zandfractie droog gezeefd. Op een subset van de monsters wordt zowel een Sedigraaf als Malvern bepaling gedaan zonder chemische voorbehandeling. De sedigraafmeting moet in zeewater uitgevoerd worden, daarnaast moet er naast de korrelgrootte ook de sedimentatiesnelheid gerapporteerd worden.

5.3 Analyses op de subsetmonsters

5.3.1 Kwaliteitscontrole

De kwaliteitscontrole die uitgevoerd gaat worden staat weergegeven in Figuur 5.3



Figuur 5.3: Uit te voeren kwaliteitscontrole op een subset van de bulkmonsters

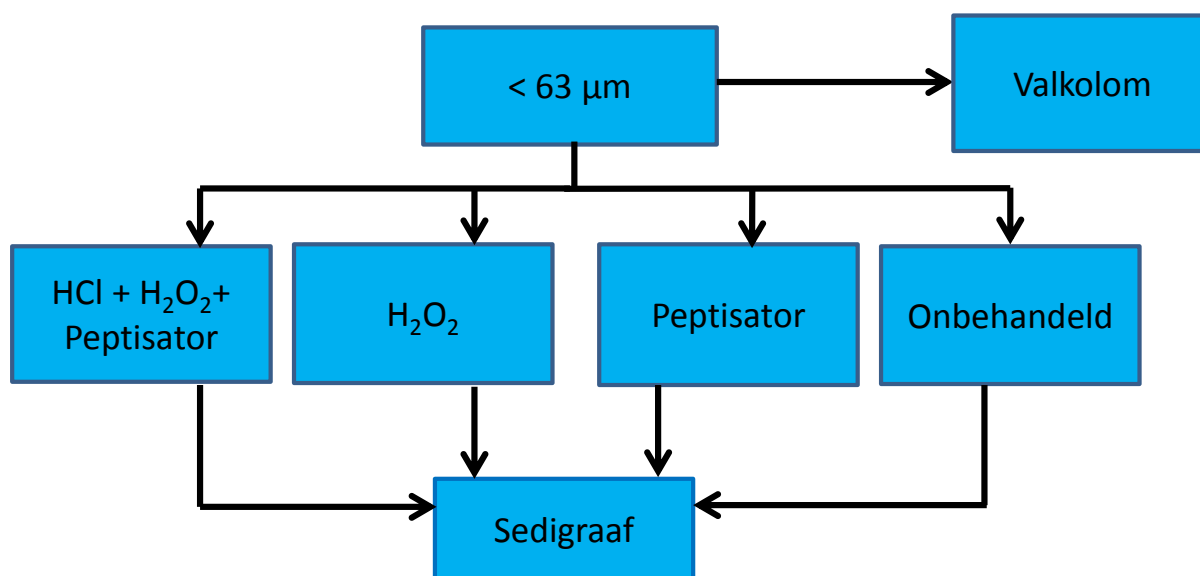
Een subset van de monsters (ongeveer 150, maar nog nader te bepalen) zal als “blind” duplo worden aangeboden aan de commerciële partij die de grote monsterstroom gaat analyseren. Door Deltares zal op een van de in duplo genomen monsters een zeefkromme bepaling worden gedaan. Op een subset van deze duplomonsters (ongeveer 150 monsters, maar ook nog nader te bepalen) wordt tevens een 2000 μm afgezeefde fractie direct op de laserdiffractie (Malvern) gemeten. Daarnaast wordt overwogen om deze subset monsters ook naar een externe partij te sturen voor een vergelijkbare analyse op de Malvern om inzicht te krijgen in variatie in data van verschillende –apparaten.

Tevens wordt van een deel van de monsters de korrelvorm van de deeltjes bepaald om inzicht te geven waarvoor het zand het meeste geschikt is (suppletie- of ophoogzand).

5.3.2 Nader onderzoek

Op de afgezeefde fractie $< 63 \mu\text{m}$ zullen verschillende onderzoeken plaatsvinden (Figuur 6.3), met als doel om deze fractie zo goed mogelijk te karakteriseren. Op een deel van de monsters zullen verschillende chemische voorbehandelingsstappen worden uitgevoerd. Na deze behandeling worden de monsters gemeten met de Sedigraaf om inzicht te krijgen in de effecten van de verschillende chemische behandelingsstappen. Dit zal worden vergeleken met de onbehandelde monsters.

Een deel van de monsters (circa 10) zal nader onderzocht worden met de valkolom om inzicht te krijgen in de valsnelheid van vooral organische deeltjes in zeewater.



Figuur 5.4 Uit te voeren onderzoek op de fractie $< 63 \mu\text{m}$ van een subset van de monsters

6 Literatuur

Normen:

NEN- 5753: Bepaling van het lutumgehalte en de korrelgrootteverdeling van grond en waterbodem met behulp van zeef en pipet.

CEN ISO/TS 17892-4: Geotechnical investigation and testing — Laboratory testing of soil — Part 4: Determination of particle size distribution

ISO13320-1 (1999): Particle size analysis -- Laser diffraction methods

Rapporten:

Deltares (2012). MALVERN MasterSizer 2000. Standard Operating Procedure (SOP). Report 1203198-000-ZKS-0008.

Blok, B. en L. Arentz (2012). Bodemmonster Analyse Egmond. Deltares rapport 1205620-000-ZKS-0011.

De Vries S., M. Huizinga, R.L. Koomans (2011) Monitoring van het slibgehalte in de toplaag van de zeebodem, september 2009 – maart 2010. Medusa rapport 2009-P-260-Evaluatie v3.

Publicaties:

Manning, A.J., Dyer, K.R. (2007). Mass settling flux of fine sediments in Northern European estuaries: Measurements and predictions. *Marine Geology* 245 (2007) 107 – 122.

Cleveringa, J. (2016) Korrelgrootte van zandwingebied tot strand. Arcadis rapport, project C03041.002060

Di Stefano, C., Ferro, V., Mirabile, S. (2010) Comparison between grain-size analyses using laser diffraction and sedimentation methods. *Biosystems Engineering*, 106: 205-215

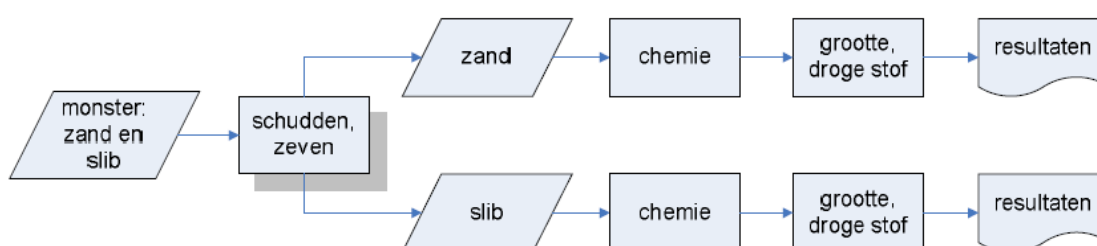
Konert, M. & Vandenberghe, J. (1997) Comparison of laser grain size analysis with pipette and sieve analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction. *Sedimentology*, 44: 523-535.

Skinner, J. (2000) Pipet and X-ray grain-size analyzers: comparison of methods and basic data. Federal interagency sedimentation project, Report 00, 78 pp.

A Voorbehandelingen en methodes voor korrelgrootte analyses

A.1 Onderzoek Blok en Arentz op voorbehandelingsmethoden

Blok en Arentz (2012) hebben een verkennend onderzoek uitgevoerd naar de invloed van verschillende voorbehandelingstechnieken op de uiteindelijke korrelgrootteverdeling. Doel van dat onderzoek was om de meest geschikte methode te selecteren voor de bepaling van het slibgehalte en de korrelgrootteverdeling. Daarnaast hebben ze ook onderzocht wat de invloed van de chemische en mechanische bewerkingen is op de korrelgrootteverdeling. Uitgangspunt bij hun onderzoek naar de chemische voorbewerkingen was de norm NEN 5753, die voorschrijft dat het organisch materiaal en het kalk verwijderd moeten worden alvorens een scheiding plaatsvindt in de fijne en grove fracties (het zeven). In het onderzoek van Blok en Arentz (2012) was het belangrijk om de fractie losse, voor uitspoeling beschikbare, deeltjes te kwantificeren. Zij hebben daarom gekozen om eerst de fijne en grove fracties te scheiden voordat de chemische bewerkingen uitgevoerd werden. De argumentatie hierbij is dat bij de chemische bewerkingen vooraf meer fijne deeltjes worden vrijgemaakt, omdat ook de aan het zand gekitte deeltjes op deze manier worden losgemaakt. Hierdoor wordt de fijne fractie overschat. Uit een beperkte vergelijkende analyse van 5 monsters is door Blok en Arentz (2012) vastgesteld dat een chemische behandeling voorafgaand aan de scheiding resulteert in 1,7 keer meer fijn materiaal dan bij een chemische bewerking na de scheiding. Zij concluderen dan ook dat beter gekozen kan worden voor een chemische bewerking na het scheiden van zand en slib om het risico te vermijden dat “gekitten”, niet voor uitspoelen beschikbare, deeltjes langs chemische weg vrijgemaakt kunnen worden. De voorgestelde opwerkingsstappen staan weergegeven in Figuur A.1.



Figuur A.1 Opwerkschema waarbij de chemische bewerkingen plaatsvinden ná de scheiding van het sediment in een grove en fijne fractie. De grijze schaduw achter het blokje "schudden, zeven" geeft aan dat deze stap meerdere malen doorlopen is (Blok en Arentz, 2012)

Verder concluderen Blok en Arentz (2012) dat voor het vrijmaken van de fijne fractie beter gekozen kan worden voor schudden dan voor intensief (ultrasoon) trillen, omdat door deze laatste bewerking scherven van de grove deeltjes kunnen afspringen waardoor er meer fijn materiaal wordt gegenereerd, wat resulteert in een overschatting van de fijne fractie.

Meer details over de gehele opwerkingsprocedure is gegeven in Blok en Arentz (2012).

A.2 Zeefkromme bepaling

Zeven is de meest traditionele benadering van deeltjeskarakterisering om een sediment te scheiden (fractioneren) in bepaalde deeltjesgrootte fracties. Zeven kan worden gebruikt om een heterogeen monster op te delen in verschillende deeltjesgroottes of om de deeltjesgrootteverdeling te analyseren. Veel verschillende procedures en normen maken nog steeds gebruik van zeven en zeefanalyse. Bovendien wordt zeven vaak gebruikt als de referentiemethode voor andere deeltjesgrootte analysetechnieken.

Voor de bepaling van de korrelgrootte van zand of grind moeten zeven worden gebruikt die voldoen aan de norm NEN 2560. Het materiaal dat op elk van de opeenvolgende zeven achterblijft wordt de *zeeffractie* genoemd. Aan de hand van de verschillende hoeveelheden op de zeven kan een zeefkromme (zeefdiagram) worden gemaakt. De gestandaardiseerde zeefkromme voor zand staat opgenomen in de RAW2010 proef 11.

Om een zeefkromme te krijgen, worden bijna alle monsters droog gezeefd omdat dit eenvoudiger is. Droge zeping is in de praktijk vaak beperkt tot een benedengrens van 53 μm . Het zeven van de fijnste fracties vanaf de fractie < 63 μm moet met water worden gespoeld om een optimaal zeefresultaat te krijgen. Met natte zeping kan tot ongeveer 20 μm gemeten worden.

De hele stapel zeven (zeeftoren) wordt machinaal getrild. Vervolgens wordt elke zeef nog eens met de hand nagezeefd. Na het zeven wordt de massa die op de diverse zeven ligt, gedeeld door het totale monstergewicht (de inweeg). De uitkomsten van de afzonderlijke zeven worden uitgedrukt in een percentage van het totale monstergewicht.

A.3 Sedimentatie of gravimetrische methoden (voor fractie < 63 μm)

Voor het bepalen van de korrelgrootte van de fractie < 63 μm kunnen gravimetrische methoden toegepast worden. Deze methoden meten de bezinkingssnelheid van deeltjes in een vloeistof. Met de bezinkingssnelheid in een vloeistof, de viscositeit van de vloeistof en de dichtheid van het deeltje kan met de wet van Stokes de korrelgrootte worden berekend. Meerdere analysetechnieken maken gebruik van dit principe en deze worden hieronder behandeld:

A.3.1 Pipetmethode

De pipetmethode is de meest traditionele gravimetrische methode en in het verleden veelvuldig toegepast.

De pipetmethode is gebaseerd op het verschil in bezinkingssnelheid tussen grote en kleine deeltjes. De bezinking van de deeltjes is het resultaat van twee tegengestelde krachten; de zwaartekracht en de wrijvingskracht als gevolg van beweging van het deeltje in een vloeibaar medium.

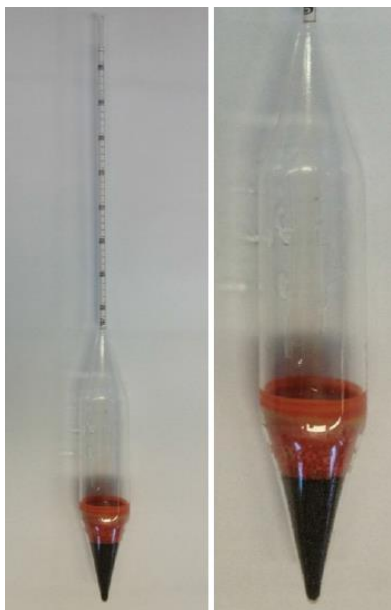
Met behulp van een pipetteerapparaat wordt de korrelgrootteverdeling (en het lutumgehalte (0-2 μm)) bepaald voor de fracties aan deeltjes kleiner dan of gelijk aan 35 μm . De monsters moeten worden chemisch voorbehandeld volgens norm NEN 5751 (ISO 11464, DIN 19683), waarbij verwijdering plaatsvindt van organische stof, carbonaten en eventueel ijzeroxide. Hierdoor blijven alleen siliclastische deeltjes over. Na deze chemische voorbehandeling wordt het monster gezeefd op 63 μm . Vervolgens wordt natriumpyrofosfaatoplossing (een peptisatiemiddel)

toegevoegd en wordt het monster met water aangevuld tot 1000 ml. Andere peptisatiemiddelen, zoals hexametafosfaat eventueel in combinatie met soda of iets vergelijkbaars, worden toegelaten door de norm mits vergelijkbare resultaten worden verkregen. De suspensie wordt in de maatcilinder gegoten. De maatcilinder moet in een glasbak geplaatst worden die gevuld is met water waarvan de temperatuur zo constant mogelijk wordt gehouden met behulp van het verwarmingselement met thermostaat en roerelement. De maatcilinder moet trillingsvrij staan. Van het mengsel in de maatcilinder wordt op verschillende tijdstippen en diepten in de cilinder een monster gepipetteerd. Tijdstippen en diepten worden bepaald met behulp van de wet van Stokes. De afgepipetteerde suspensie wordt ingedampt en gedroogd en door weging wordt het massapercentage van de afgepipetteerde fractie bepaald. De doorlooptijd van de traditionele pipetmethode is ongeveer 9 uur.

A.3.2 Hydrometer (Areometer)

De hydrometermethode is algemeen aanvaard voor het bepalen van de korrelfractie tussen 63 μm en 1 μm . De hydrometermethode is een sedimentatiemethode waarmee wordt bepaald hoe lang de deeltjes van een monster er over doen om te bezinken tot de bodem in een cilinder gevuld met één liter water. De hydrometer zelf, ook wel de vlotter genoemd, meet de dichtheid van de vloeistof op een bepaalde hoogte in de sedimentatiecilinder, door middel van de opwaartse druk die de oplossing erop uitoefent. Dit wordt ook wel de Archimedeskracht genoemd. Deze opwaartse kracht wordt mede bepaald door de dichtheid van de oplossing. De vlotter bestaat uit een holle bol, die onderaan verzwaard is met lood en aan de bovenzijde bevestigd is aan een lange stam. Deze is zo ontworpen dat de bol volledig onder het oppervlak verdwijnt, maar de stam erboven blijft uitsteken. Afhankelijk van de dichtheid van het mengsel zal deze stam dus meer of minder boven het oppervlak uitsteken. Naarmate de deeltjes in de oplossing bezinken, zal de dichtheid van het mengsel dalen en zal de hydrometer mee dalen waardoor deze minder boven het oppervlak uitsteekt. Deze daling wordt opgemeten als functie van de tijd, om de korrelgrootteverdeling van de fijne deeltjes te bepalen op basis van de Wet van Stokes. Een illustratie van een hydrometer is hieronder weergegeven in Figuur A.2 (Haverbeke, 2013)

Aangezien de hydrometer voornamelijk voor de fractie 63 μm wordt toegepast, bestaat het gevaar dat deze aan elkaar klitten, zodat ze zich gedragen als een grotere korrel, en dus sneller zullen bezinken. Om dit te voorkomen en dus alle deeltjes goed van elkaar te scheiden, wordt gebruik gemaakt van een peptisator. Tevens wordt het monster voorbehandeld met waterstofperoxide (H_2O_2) en zoutzuur om het aanwezige organisch materiaal en het kalk te verwijderen.



Figuur A.2 Illustratie van een hydrometer

A.3.3 Röntgendiffractie (Sedigraaf)

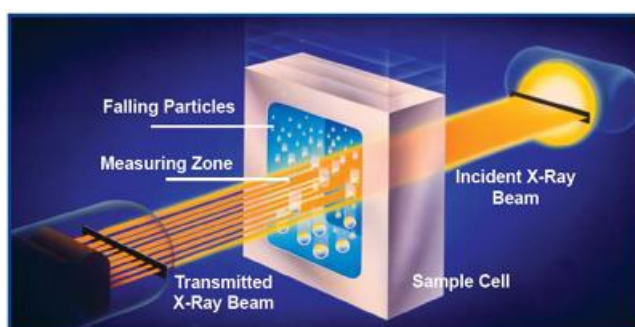
Röntgendiffractie vindt plaats op de fractie $< 63 \mu\text{m}$ die via natzeven is verkregen. De Sedigraaf vervangt hierbij de pipet-methode volgens NEN-5753, voornamelijk ingegeven door de significante tijdsreductie die gerealiseerd kan worden.

Deze techniek is gebaseerd op sedimentatie en foton-absorptie. De Wet van Stokes wordt toegepast om de korrelgrootte te bepalen door de valsnelheid van deeltjes van verschillende grootte. De relatieve massa van elke grootteklasse wordt bepaald door het toepassen van de Wet van Beer-Lambert-Bouguer op de gemeten absorptie van een röntgenstraal door de fractie van het monstermateriaal dat op dat moment nog in suspensie is. De absorptie van de röntgenstraal is sterk afhankelijk van de dichtheid van het materiaal dat gemeten wordt. Als dit sterk varieert leidt dat tot een significante onder/ overschatting van de lutumfractie.

Het fijne materiaal wat bij natzeven over een $63 \mu\text{m}$ zeef door de zeef heen spoelt, wordt opgevangen in een bekglas. Een deel ervan wordt gebruikt voor bepaling van de korrelverdeling kleiner dan $63 \mu\text{m}$ in de Sedigraaf. De korrelverdeling wordt bepaald door gebruik te maken van een gebundelde röntgenstraal (X-ray) om direct de deeltjesconcentratie in de vloeistof te meten (Figuur A.3). Door de intensiteit van de doorgelaten röntgenstraling op verschillende plaatsen en op verschillende tijdstippen te meten, wordt een beeld verkregen van de korrelverdeling. Tijdens het sedimentatieproces vallen eerst de grote deeltjes beneden het meetniveau en vervolgens steeds fijnere deeltjes, totdat alleen de fijnste deeltjes overblijven in de meetcel. Voordat het monster wordt toegevoegd wordt eerst de intensiteit van een basislijn of een referentie X-ray bepaald, die door de wanden van de meetcel en de vloeistof wordt geleid. Een homogeen mengsel van vloeistof en sedimentmonster wordt vervolgens door de meetcel gepompt. De sterkte van de röntgenstraal die nu wordt gemeten bepaald de maximale uitdoving. Vervolgens wordt de menging van het monster stopgezet en het mengsel zal gaan sedimenteren, terwijl de intensiteit van de röntgenstraal wordt gemonitord.

De kleinste korreldiameter welke op deze manier kan worden gemeten is 0,10 μm . In de praktijk wordt vaak een grens van 1 μm gehanteerd.

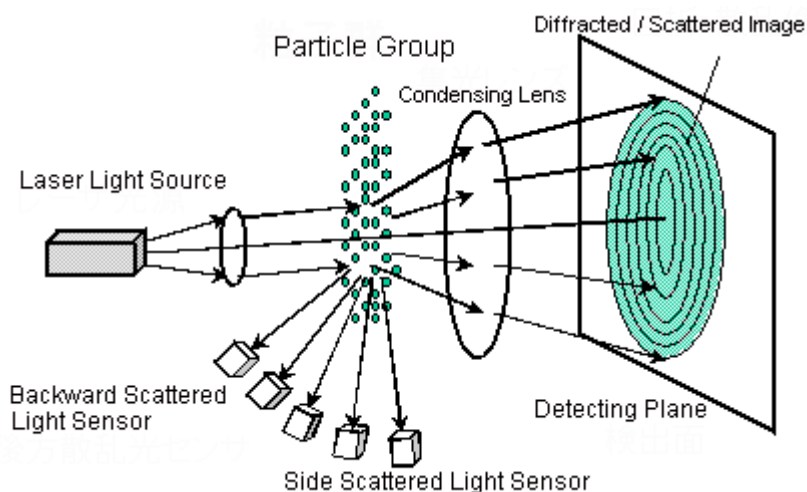
De Sedigraaf techniek staat gedetailleerd beschreven in ISO 13317-3:2001: Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods – Part 3: X-ray gravitational technique



Figuur A.3 Schematische opbouw van een Sedigraaf

A.4 Laser/Licht diffractie methoden

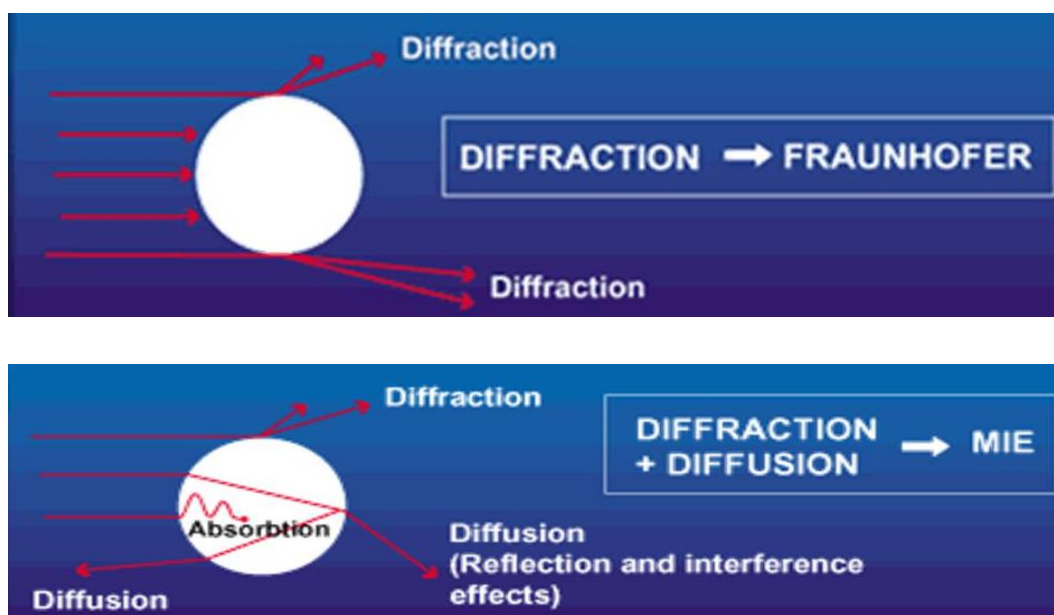
Laserdiffractie is een techniek die is gebaseerd op de correlatie tussen hoeken van verstrooiing van korrels en de distributie van deze korrels in een straal monochromatisch licht van een He-Ne laser. De korrels verstrooien het licht onder een bepaalde hoek die toeneemt met een afname in de deeltjesgrootte. Het verstrooide licht wordt opgevangen door een detector, bestaande uit 52 concentrische ringen, zie ook Figuur A.4. Een voorbeeld van een laser diffractie apparaat is de Malvern.



Figuur A.4 Schematische weergave van het optische systeem in een Laser Diffractie Korrelgrootte Analyser

Voor de interpretatie van de resultaten van de laser diffractie worden over het algemeen twee optische modellen gebruikt, Fraunhofer en Mie. Voor grote deeltjes wordt de Fraunhofer theorie toegepast, terwijl voor de fijnere deeltjes de korrelgrootte verdeling wordt afgeleid van de licht

intensiteiten gemeten op de detector als functie van de hoek, gebaseerd op de Mie theorie. In het Mie model wordt rekening gehouden met zowel diffractie als diffusie van het licht rond het partikel in het medium (Figuur A.5).



Figuur A.5 Verschil tussen het Fraunhofer model en het Mie model.

Verdere details en gestelde eisen worden gegeven in ISO 13320:2009. Particle size analysis - Laser diffraction methods

A.5 Deeltjes-telmethode

A.5.1 Microscopie

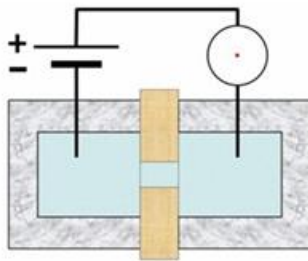
Microscopische bepaling of directe meting van de korrels is een van de oudste methoden, waarin elke korrel direct wordt gemeten met een raster of door middel van vergrote, gedigitaliseerde foto's. Het is een eenvoudige methode waarbij ook de korrelvorm wordt meegenomen. Dit analysekost enkele uren per analyse en er moeten een groot aantal korrels geteld worden om de gewenste betrouwbaarheid te krijgen. Meestal wordt deze methode meer voor kwalitatieve analyses gebruikt dan voor de kwantitatieve tellingen

Tegenwoordig bestaan er echter ook volledig geautomatiseerde image analysis systemen. In de statische systemen wordt het monster op een plaatje gebracht en dit plaatje wordt dan door de microscooptafel verplaatst. In dynamische systemen passeren de partikels in een constante stroom een camera.

Een voorbeeld van deze laatste techniek is de Haver & Boecker CPA (Computerized Particle Analysis). De analyse wordt uitgevoerd op stoofdrome monsters. Het meetbereik van deze techniek is 10 μm tot 8 mm. Er kunnen ongeveer 10.000 deeltjes per seconde gedetecteerd en geanalyseerd worden.

A.5.2 Deeltjeskarakterisering met electrical sensing zone (Coulter methode)

Een typische Coulter teller bestaat uit twee kamers, die gescheiden zijn door één of meerdere microkanalen (aperturen) (Figuur A.6). Beide kamers zijn gevuld met een geleidende elektrolytische oplossing. Als een vloeistof met deeltjes door de apparatuur wordt gezogen, zal elk deeltje een korte verandering veroorzaken in de elektrische weerstand van de vloeistof. Hierdoor is de apparatuur in staat om als deeltjesteller te opereren. Bovendien wordt de weerstand evenredig met volume van de deeltjes gemeten. Op deze wijze wordt elk individueel deeltje geteld en ingedeeld in de juiste grootteklasse. De techniek wordt gebruikt voor het karakteriseren en tellen van korrelgrootte verdelingen binnen het bereik van 0,6 tot 1200 μm . Voornaamste toepassingen zijn deeltjesanalyse in oplossingen met een lage concentratie aan deeltjes, poeders en biologisch materiaal.



Figuur A.6 Schematische weergave van een Coulter counter

B Classificatie

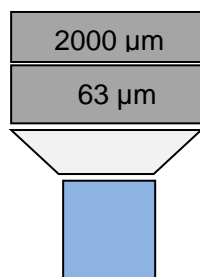
De standaard voor classificatie van sediment is in Nederland vastgelegd in NEN 5104 (Geotechniek - Classificatie van onverharde grondmonsters), waarin de Nederlandse korrelgrootte classificatie is gegeven (Tabel 2.1). Van de vele de duizenden beschrijvingen van sedimenten in grondboringen die zich in het archief van de Nederlandse geologische dienst bevinden is een groot deel van deze boringen beschreven volgens de classificatie van deze NEN uitgevoerd. Daarnaast zijn vele boringen beschreven conform de Standaard Boor Beschrijf methode van de TNO (SBB).

Tabel B.1 Indeling van grondsoorten naar korrelgrootte

Korrelgrootte (mm)	Korrelgrootte (μm)	Fractie	
630		Blokken	
200		Keien	
63		Stenen	
16		Grind	Zeer grof
5,6			Matig grof
2	2000		Fijn
0,42	420	Zand	Uiterst grof
0,30	300		Zeer grof
0,21	210		Matig grof
0,15	150		Matig fijn
0,105	105		Zeer fijn
0,063	63		Uiterst fijn
0,002	2	Silt	
0	0	Klei (Lutum)	

C.4 Uitvoering Natzeven:

1. Neem het gehele aangeleverde veldvochtige monster in behandeling;
2. Noteer de volgende zaken in het zeefboek
 - boornummer
 - monsternummer
 - bemonsteringsdiepte
 - natgewicht (NG_D)
3. Weeg het gewicht af van de lege maatbeker op 0.01g nauwkeurig
4. Breng het monster vanuit het aangeleverde zakje in een bekersglas. Spoel het zakje met 50 ml kunstmatig zeewater en spoel dit het bekersglas in. Schud dit bekersglas gedurende 1 minuut zodanig dat het gehele monster in beweging is.
5. Breng het gehele monster met het water uit het bekersglas op de hieronder afgebeelde zeefopstelling. (mocht de 63 μm zeef dichtslaan voeg dan een extra zeef toe, meldt dit!)



6. Schudt het monster los en verdeel het monster over de gehele zeef, schudt minimaal 2 minuten en spoel daarna de 2000 μm zeef na met kunstmatig zeewater en daarna de 63 μm zeef totdat het water schoon is. Vang dit water op. Zorg dat de hoeveelheid toegevoegd kunstmatig zeewater niet hoger wordt dan 200ml. **Dit monster wordt gebruikt voor de sedigraaf en Malvern analyses.**
7. Verwijder het bekersglas onder 63 μm zeef
8. Spoel de 2000 μm en 63 μm zeef na met kraanwater zodanig dat al het zout eraf gespoeld is. Laat dit water weglopen.
9. Breng het monster op de 2000 μm en 63 μm zeef over in twee aparte bakjes
10. Droog beide monsters overnacht bij 105 °C.
11. Weeg het gewicht na drogen op 0.01g nauwkeurig af en noteer dit voor zowel de fractie <2000 – 63 μm en > 2000 μm . Beide fracties bij elkaar opgeteld is het droog gewicht van het monsters (DG_W).

C.5 Uitvoering Droog zeven

C.5.1 Fractie < 2000 μm - > 63 μm

12. Breng het gedroogde monster geheel op de zeven.
 - a. Hanteer de standaard zeefdiameter
 - b. Hanteer de standaard schudtijden
13. Weeg alle afzonderlijke fracties met een nauwkeurigheid van 0.01g en noteer dit.

C.5.2 Fractie < 63 μm

In het bekersglas is aanwezig +/- 200ml suspensie met:

- kunstmatig zeewater

- sediment fractie <63 μm
- leeg gewicht maatbeker bekend op 0.01 g nauwkeurig

C.5.2.1 Voor de bepaling fractie < 63 μm monsters waar geen vervolganalyses op gebeuren

1. Bepaal het gewicht van de maatbeker met inhoud op 0.01g nauwkeurig en noteer
2. Weeg de glasvezelfilter op 0.0001g nauwkeurig
3. Plaats de glasvezelfilter in de houder van het vacuüm systeem en zet het systeem aan
4. Breng het gehele monster langzaam op de glasvezelfilter.
5. Spoel het bekerglas met minimaal 200ml zoetwater na en breng dit ook op het filter.
6. Haal de glasvezelfilter uit de houder en droog deze bij 105 ± 5 °C overnacht
7. Weeg de glasvezelfilter op 0.0001g nauwkeurig en noteer

Gebruik de hieronder beschreven procedure voor monsters waarop vervolganalyses uitgevoerd moeten worden.

C.5.2.2 Voor de bepaling fractie < 63 μm monsters waar vervolganalyses op gebeuren

8. Bepaal het gewicht van de maatbeker met inhoud op 0.01g nauwkeurig en noteer
9. Weeg de glasvezelfilter op 0.0001g nauwkeurig
10. Plaats de glasvezelfilter in de houder van het vacuüm systeem en zet het systeem aan
11. Homogeniseer het monster door het gehele monster te roeren totdat er een draaikolk ontstaat en neem met een pipet 20 ml suspensie af, breng dit aan op de glasvezelfilter.
12. Bepaal het gewicht van de maatbeker op 0.01 g nauwkeurig en noteer.
13. Spoel het monster met minimaal 100 ml zoetwater na.
14. Haal de glasvezelfilter uit de houder en droog deze bij 105 ± 5 °C overnacht
15. Weeg de glasvezelfilter op 0.0001g nauwkeurig en noteer

C.6 Het nemen van een submonster voor de vervolganalyses

- weeg het bekerglas met de suspensie erin 0.01g nauwkeurig af en noteer
- roer de suspensie continue zodat er een draaikolk ontstaat
- neem met een pipet 50 ml van het materiaal af voor de Malvern analyse
- weeg het bekerglas wederom af 0.01g nauwkeurig en noteer
 - bewaar het afgenomen materiaal in een 50 ml greinerbuis, noteer daarop monsternummer + gewicht en verstuur dit naar Deltares → Malvern analyse
 - gebruik het overige monster om een sedigraaf analyse op uit te voeren

Indien experimentele analyses uitgevoerd worden zullen meerdere fracties moeten worden afgenomen. Dit indien van toepassing zal deze informatie direct met deze monsters worden aangeleverd.

D Sedigraafbepaling

Gedurende fase 2 van het project kan dit protocol nog worden aangepast.

D.1 Doel

Bepalen van de korrelverdeling van deeltjes kleiner dan $< 63 \mu\text{m}$ met de sedigraaf van Wiertsema en Partners (Micromeritics MM 5100)

D.2 Omschrijving

De proef behelst de analyse van de korrelgrootte van de fractie $<63 \mu\text{m}$ van een grondmonster door het monster in suspensie te brengen en te laten bezinken in een meetcuvet. Het verloop van het bezinkproces (sedimentatie) wordt gevolgd door in het meetcuvet continu in de tijd op een continu variërende hoogte de absorptie van röntgenstraling te bepalen. De gemeten absorptie is een maat voor de hoeveelheid materiaal-in-suspensie op de meethoogte, de meethoogte en het meetmoment bepalen de deeltjesgrootte waar de absorptie betrekking op heeft.

D.3 Analyse

D.3.1 Benodigdheden

- Micromeritics MM 5100 met een carousel met monstercontainers
- Natrium chloride (NaCl, keukenzout)
- kraanwater

D.3.2 Voorbereiding

Het monster wordt voorbehandeld volgens werkvoorschrift 300-W-K1-01.
Maak tegelijk ook een blanco monster (artificieel zeewater)

Voorafgaand aan de meting worden achtergrondwaarden bepaald, dat wil zeggen de intensiteit die gemeten wordt na transmissie door het cuvet met een 'blanco', zeewater. Dit geeft de '0%-lijn' (geen gronddeeltjes in de suspensie). Deze bepaling wordt eenmaal per dag uitgevoerd. De telsnelheid ligt hier bij ca. 125.000 counts/sec.

D.4 Uitvoering

1. Neem het representatief monster van 80 of 200cc met deeltjes $< 63\mu\text{m}$, die zich aan het eind van de handelingen met natzeven in een bekersglas bevindt, en doe dit in een monstercontainer. Doe dit voor alle monsters die gemeten moeten worden.
2. Controleer de instellingen van de sedigraaf

Voer de monstergegevens in, let op de volgorde van de monsters!

3. Zet de sedigraaf aan
(standard protocol Wiertsema en partners)

D.5 Rapportage

De resultaten van de sedigraaf komen beschikbaar

- Digitaal rapporteren:
 - Berekende korrelgrootte verdeling
 - Gemeten valsnelheidsmetingen

Standaard controles die bij Deltares worden uitgevoerd:

- op papieruitdraai

Controleer op de papieruitdraai

- de identificatie van het monster (Sample ID)
- de analysetemperatuur (33,3 °C)
- baseline moet tussen 120 en 130 kcts.sec liggen; zo niet dan dient de MM gecontroleerd door onderhoudsmonteur
- full scale dient lager te zijn dan 80 kcts.sec; zo niet dan dient de meting overgedaan te worden met een geconcentreerder monster (monster 2 x 24 uur laten sedimenteren, voorzichtig afhevelen tot ca. 50% volume, en opnieuw beginnen bij punt 1; de hoeveelheid monster dient minimaal 80 ml te zijn, als er niet voldoende materiaal is om dit volume in de gewenste concentratie aan te maken kan de sedigraaf bepaling niet worden uitgevoerd)
- als er 'hobbels' optreden in de grafische weergave is het monster in de regel onvoldoende geconcentreerd; hiervoor geldt de zelfde handelwijze als in het voorgaande.
- de waarde bij < 63µm mag niet lager zijn dan 98%; indien dit het geval is dient het apparaat schoongemaakt te worden (met name de slangen), en de proef overgedaan. Een mogelijke oorzaak is ook dat de natte scheidingszeef grof materiaal 'lekt', ook dit dient nagegaan. Indien het probleem zich blijft voordien dient de MM gecontroleerd door een onderhoudsmonteur

E Voorbehandelen van sedimentmonsters voor Laserdiffractie analyses

Gedurende fase 2 van het project kan dit protocol nog worden aangepast.

E.1 Twee type monsters worden geanalyseerd:

- De door Wiertsema en partners (W&P-monsters) aangeleverde fractie < 63 µm
- Fractie alleen afgezeefd op 2000 µm.

De monsters moeten eerst in de intake-lijst/werkvoorraad zijn ingeschreven en zijn voorzien van een unieke labcode.

De juiste voorbehandeling is zeer cruciaal. Omdat bij laseranalyse weinig materiaal nodig is, van ca. 100 mg tot ca. 5 gr., is de aseleetheid van de steekproef in het geding. Dit betekent dat een juiste voorbehandeling, verkleinen en homogeniseren, aan strikte voorwaarden moet voldoen.

E.2 Monsters < 2000µm

Beide monsters worden zonder verdere voorbehandeling op de malvern gemeten. Bij het monster < 2000 µm moet de roersnelheid dermate hoog zijn ingesteld dat de grove zandkorrels ook suspensie blijven. Deze minimale roersnelheid zal aan de hand van de eerste monsters moeten worden vastgesteld en daarna bij alle monsters worden gehanteerd. Zorg ervoor dat de ultrasoon uitstaat!

E.3 Monsters < 63 µm

Breng het gehele aangeleverde monster in de meetcel optimaliseer aan de hand van de eerste monsters de roersnelheid. Stel de roersnelheid zo in dat alles suspendeert, maar niet zo hoog dat het monster uiteenvalt. Hanteer deze roersnelheid daarna voor alle monsters. Zorg ervoor dat de ultrasoon uitstaat

E.3.1 Techniek voor het meten in vloeistof

Het te analyseren monster wordt toegevoegd aan het water van het dispersie apparaat Hydro2000G. Deze bestaat uit een bad met demi water, een variabele pomp, roerder en zorg dat de ultrasone uitstaat. Het monster wordt rondgepompt door een meetcel die voor de laserstraal is geplaatst. De deeltjes komen dus meerdere keren door de laserstraal. De duur van de analyse is in te stellen, maar standaard wordt 20 seconden gehanteerd. Het totale aangeleverde monster moet worden toegevoegd.

Dan wordt de meting gestart en de analyse volgt automatisch.

Het resultaat wordt opgeslagen in de geopende file.

Na de analyse wordt het monster weggespoeld en het bad wordt gereinigd

E.3.2 Beginsel van de korrelgroottebepaling met laserdiffractie apparatuur

De ruwe data worden geanalyseerd m.b.v. de Malvern software. Voor de monsters $< 2000 \mu\text{m}$ zal aan de hand van de uitgevoerde zeefkrommes een optimalisatie in de Malvern software moeten plaatsvinden.

De resultaten worden weergegeven in volumepercentage per fractie. De fracties lopen van $0,010 \mu\text{m}$ tot $2000 \mu\text{m}$.