

Proef 77.1 Vrijkomend asfalt: Bepalen van de constructieopbouw en de laagdikte

Benodigdheden

Zaagmachine gekoeld met water.

Meetinstrument met een nauwkeurigheid van ten minste 1 mm.

Uitvoering

Zaag een plak van het monster in de lengterichting af (bij boorkernen, evenwijdig aan de as) gebruik hierbij veel koelwater en spoel het monster na het zagen goed af met schoon water.

Laat het (deel)monster (plak) aan de lucht drogen (bij ten hoogste 40 °C) of blaas het monster droog, totdat het oppervlak van het proefstuk op basis van een visuele beoordeling droog is.

Bepaal de laagopbouw- en de cumulatieve laagdikte(n) over een lijn haaks op de omtrek van de cilinder of in het zaagvlak van de plak ten opzichte van de bovenzijde van de cilinder met een nauwkeurigheid van 1 mm. Verricht de meting langs een lijn haaks op het bovenvlak.

Benoem de asfaltmengsels door vermelding van de verschillende asfalttypen en asfaltsoorten.

Hierbij worden de oude hoofdgroepen gebruikt (GAB, STAB, OAB, DAB, ZOAB, enzovoort) en wordt een schatting van de nominale korrelgrootte aangegeven.

De nominale korrelafmeting wordt geschat op basis van de kleinste zeefmaat waardoor de grootste korrels in de doorsnede denkbeeldig nog kunnen passeren.

Nota bene

Bijvoorbeeld: bij een DAB 0/16 (Standaard RAW Bepalingen 2005) mag ten hoogste 6 % (m/m) op zeef C16 blijven liggen.

Voor de aanduiding DAB 0/16 betekent dit dat in de doorsnede slechts een enkele grootste korrel > 16 mm mag worden aangetroffen.

Als in het lengteprofiel van de weg een asfaltlaag met eenzelfde classificatie ligt, maar waarin verschillende samenstellingen worden waargenomen, bijvoorbeeld een deklaag van DAB 0/16, maar met een verschillende soort steen (kleur, gebroken of niet), geef dan ook aan dat het gaat om verschillende mengsels (met mogelijk een verschil in PAK-gehalte).

Alle ten behoeve van het aantonen van teer/PAK uit een wegvak geboorde cilinders worden op bovenstaande wijze geïnventariseerd.

Als een cilinder schade vertoont, bijvoorbeeld uiteengevallen lagen, losliggende lagen of scheuren, dan moeten deze schades worden vermeld en kan de totale dikte van de asfaltconstructie worden afgeleid uit de meting in het boorgat.

Rapportage

De rapportage bestaat ten minste uit een tabel met de volgende onderdelen:

- Codering cilinder;
- Classificatie in de vorm van asfalttype en asfaltsoort (DAB 0/16, enzovoort);
- Indien noodzakelijk: aanduiding verschil in steensoorten in doorgaande lagen (op min of meer gelijke diepteligging) met dezelfde classificatie;
- Individuele laagdikten en cumulatieve laagdikte vanaf de bovenkant van de cilinder;
- Indien aanwezig de waargenomen schade in de betreffende cilinder;
- Foto van de cilinder.

Proef 77.2 Vrijkomend asfalt: Aantonen van PAK met PAK-detector (PAK-detectorproef)

Algemeen

De PAK-detector geeft een kwalitatieve indicatie van de aanwezigheid van teer/PAK in asfalt.

De waarnemingsgrens ligt op ongeveer 250 mg/kg PAK10.

De proef moet, binnen 2 maanden na het zagen, uitgevoerd worden op een schoon droog oppervlak verkregen overeenkomstig proef 77.1.

De proef is minder geschikt voor ruwe oppervlakken en asfaltgranulaat vanwege het optreden van oplichtende spuitwaaiers en de veelal doorgaande bitumenfilm op het oppervlak van asfaltgranulaat.

De proef is niet geschikt op vochtige oppervlakken.

De proef hoeft niet onder geconditioneerde omstandigheden te worden uitgevoerd, maar wel in een droge ruimte en de omgevingstemperatuur moet tussen 15 en 35 °C liggen.

Reagentia

PAK-detector spuitbus met waarnemingsgrens van ongeveer 250 mg/kg PAK10 in asfalt, deze is verkrijgbaar in de handel voor laboratoriumbenodigdheden.

Nota bene:

PAK-detector wordt batchgewijs geproduceerd.

De leverancier voert hierop geen controles uit.

Vóór gebruik van een nieuwe batch moet de correcte werking (waarnemingsgrens) van deze PAK-detector gecontroleerd worden (zie het rapport Validatieonderzoek PAK-detectormethode).

Apparatuur

Crêpetape en afdekpapier (handdoekrol) of een spuit- of beoordelingsjabloon (bijvoorbeeld een karton met een ten minste 2 cm brede spleet) of iets soortgelijks;

Donkere kast of ruimte met UV-lamp (nominaal 366 nm) en met geelfilter (Lee Filters 101 yellow) op het beoordelingsvenster.

Uitvoering

Voor te lange monsters kan het noodzakelijk zijn deze op te delen, omdat ze niet in de beoordelingskast passen.

Het opdelen van te lange monsters kan het best gebeuren door ze te breken op laagscheidingen, omdat bij zagen materiaal (kleeflaag) verloren kan gaan.

Plak het schone droge beoordelingsvlak in lengterichting (dikte) af met crêpetape en papier, zodanig dat een strook van ten minste 2 cm breedte over de totale lengte van de cilinder onbedekt blijft of gebruik de spuitsjabloon.

Nota bene:

Een dunne spuitwaaier langs de randen van de spuitbaan kan helder oplichten bij de beoordeling onder UV-licht. Deze spuitwaaier moet daarom worden voorkomen of in elk geval niet worden beoordeeld.

Schud de bus PAK-detector net zo lang tot de schudkogel in de bus hoorbaar is geworden en daarna nog ten minste 30 seconden.

Breng in één keer een dunne, maar dekkende laag PAK-detector aan op het onbedekte gedeelte van het beoordelingsvlak, spuitafstand 5 tot 10 cm.

Dekkend wil zeggen dat de structuren van het asfalt net niet meer te zien zijn op het moment van opspuiten.

Nota bene:

Extra spuiten om voldoende dekking te krijgen mag alleen 'nat in nat' gebeuren of anders moet een nieuw vlak bespoten worden.

Laat het behandelde monster ongeveer 10 minuten drogen.

De structuren kunnen na het opdrogen weer zichtbaar worden, dit is afhankelijk van de aard van het asfalt.

Verwijder de afdekking en beoordeel binnen 1 uur na spuiten, het bespoten oppervlak onder de UV-lamp in de donkere kast of ruimte en voorzien van geelfilter.

De beoordeling moet plaats vinden aan de hand van het contrast tussen zeker niet fluorescerende steenslag en de eventueel oplichtende mortel er omheen.

Als in de mortel een duidelijke verkleuring (UV-fluorescentie) van de PAK-detector wordt geconstateerd, dan is dit een aanwijzing voor de aanwezigheid van teer/PAK in het asfalt.

Bij de beoordeling moeten spuitwaaiers niet worden beoordeeld.

Deze lichten vaak op, zelfs als deze spuitwaaier op steen aanwezig is.

Als een duidelijke spuitwaaier aanwezig is, dan moet deze tijdens de beoordeling met een beoordelingsmasker worden afgedekt.

Als in de mortel spikkels fluorescentie worden waargenomen, dan duiden deze op fluorescerende mineralen in het aggregaat en niet op de aanwezigheid van teer in de bitumen.

Nota bene:

UV-straling is gevaarlijk voor de ogen en de huid. Kijk nooit in de UV-lamp en voorkom UV-straling op de huid.

Langer dan 1 uur wachten na het spuiten leidt tot een verslechtering van de kwaliteit, waardoor bij teervrij asfalt de kans steeds groter wordt dat dit asfalt als teerhoudend wordt aangemerkt.

Beoordeling mag niet bij daglicht of normaal kunstlicht worden uitgevoerd, omdat dit tot foute beoordelingen kan leiden.

Geef aan bij welke diepten fluorescentie wordt waargenomen.

Rapporteer dit als 'geen fluorescentie' over de diepte waar geen fluorescentie is waargenomen of 'fluorescentie' over de diepte waar wel fluorescentie is waargenomen.

De diepten waarover fluorescentie wordt waargenomen komen vaak niet overeen met de lagen in de cilinder, omdat de PAK uit de teerhoudende lagen gemigreerd kan zijn naar de aangrenzende 'schone' lagen.

Rapportage

De rapportage van de PAK-detectorproef bevat ten minste de volgende onderdelen:

- codering van de cilinders;
- aanduiding van de diepteligging van fluorescerende zones.

Nota bene:

De rapportage van de PAK-detectorproef wordt in het algemeen gecombineerd met de rapportage van de laagdiktebepaling volgens proef 77.1.

Voor de presentatie van de resultaten van proef 77.1 en proef 77.2 kunnen naast tabellen ook grafische weergaven in de vorm van bijvoorbeeld boorprofielen met laagopbouw en teerhoudende zones zeer verhelderend werken.

De voorwaarde daarbij is, dat de cilinders in 'dezelfde volgorde als in de weg' moeten worden gepresenteerd. Hierdoor kunnen wegvakken met een homogene laagopbouw eenvoudig worden vastgesteld en kunnen de monsters voor nader onderzoek van niet-fluorescerende zones eenvoudig worden aangeduid.

Proef 77.3 Vrijkomend asfalt: Aantonen van PAK met-dunne-laag-chromatografie (DLC-proef)

Algemeen

De DLC-proef is geschikt om een schatting te geven van het PAK10-gehalte in een monster asfalt en wordt meestal uitgevoerd in combinatie met proef 77.2 (PAK-detectorproef).

Er wordt geen onderscheid gemaakt in individuele PAK.

De waarnemingsgrens is ongeveer 50 mg/kg onder de voorwaarde dat een laborant bij dit gehalte nog fluorescentie waarneemt.

Met de DLC-proef worden twee mogelijke resultaten gegeven, 'geen fluorescentie' of 'fluorescentie'.

Deze kunnen globaal vergeleken worden met de volgende bereiken van het PAK10-gehalte in het geanalyseerde asfaltmonster:

- geen fluorescentie: $\text{PAK}(10) \leq 50 \text{ mg/kg}$, dus 'teervrij';
- fluorescentie: $\text{PAK}(10) > 50 \text{ mg/kg}$ dus 'teerverdacht'.

Alle monsters waarin fluorescentie wordt waargenomen, moeten nader worden onderzocht op PAK-gehalte met GC-MS of HPLC, anders moeten deze monsters gekwalificeerd worden als 'teerhoudend'.

Andere proefuitvoeringen voor het aantonen van PAK in asfalt zijn toegestaan, op voorwaarde dat deze methoden gevalideerd en geaccrediteerd zijn.

Waarschuwing

In de DLC-proef worden monsters gedroogd of opgewarmd om deelmonsters te kunnen nemen en te kunnen homogeniseren.

Het opwarmen van teerhoudende monsters vormt een gezondheidsrisico.

Als wordt vermoed dat een monster teerhoudend is, dan wordt geadviseerd deze niet met de DLC-proef te analyseren.

Bevestiging van teerhoudendheid kan veilig gebeuren door het asfaltmonster cryogeen voor te behandelen en het PAK-gehalte te bepalen met met GC-MS of HPLC.

Benodigheden

Reagentia

Standaard teer code 06-204 verkrijgbaar bij KOAC•NPC te Vught. Houdbaarheid onbeperkt mits koel ($\leq 5^\circ\text{C}$) en donker bewaard in een dampdichte verpakking (blikken).

Dichloormethaan (methyleenchloride) technisch.

Loopvloeistof bestaande uit:

- n-hexaan, pro-analyse;
- toluen, pro-analyse.

Referentiestandaard corresponderend met 50 mg/kg PAK10 in asfalt.

Apparatuur

Zaagmachine.

(Kaak)breker instelbaar tot een kleinste instelbare korrelgrootte van 4 mm.

Plamuurmes of spatel (schoon, er mogen geen zichtbare verontreinigingen aanwezig zijn).

Schalen (schoon en droog, er mogen geen zichtbare verontreinigingen aanwezig zijn).

Maatcilinder 250 ml.

Schudapparaat of ultrasoonbad.

DLC-platen hoogte 200 mm (bijvoorbeeld Merck kiezelgel 60 F254, DC-Alufolien of Macherey-Nagel Alugram SIL G/UV254).

Beoordelingskast of ruimte met UV-lamp (366 nm) eventueel met geelfilter (Lee Filters 101 yellow) op het beoordelingsvenster.

Chromatografiespuit of microliterpipet (verdringertype) met wegwerptips van geschikte capaciteit bijvoorbeeld 50 μl .

Afsluitbare ontwikkelbak voor DLC-platen.

Maatkolf of monsterfles van geschikte grootte, bijvoorbeeld 250 ml.

Analytische balans (nauwkeurigheid ten minste $\pm 0,0001 \text{ g}$).

Bovenweger (nauwkeurigheid ten minste $\pm 0,1 \text{ g}$).

Monsterpotten 500 ml met brede hals en schroefdeksel.

Afsluitbare monsterflesjes van enkele ml (geschikte grootte en sluiting selecteren).

Droogstoof (110 °C en 60 °C ± 5 °C) met geforceerde ventilatie en afzuiging of magnetron met afzuiging.
Monsterverdeelapparaat (voor granulaire monsters).
Handschoenen (pvc, viton, latex).

Monstervoorbereiding

Bij geboorde cilinders:

Zaag (met veel koelwater tegen versmering) van het (voor de PAK-detectormethode gebruikte) proefstuk een niet-bespoten deel af.

Stel (meng)monsters samen aan de hand van de aanwijzingen in protocol 4 van CROW-publicatie 'Richtlijn omgaan met vrijgekomen asfalt'.

Om te voorkomen dat eventueel niet-opgemerkte teerhoudende kleeflagen verdwijnen als gevolg van het zagen op laagscheidingen, moeten de zaagsneden altijd net onder de kleeflaag worden gezet, behalve als dit betekent, dat er teerhoudende lagen in het monster zouden belanden.

Bij granulaire monsters (asfaltgranulaat):

Maak een representatief deelmonster door het granulaire monster te homogeniseren en daarna met behulp van een monsterverdeelapparaat te verdelen volgens NEN-EN 932-2.

Dit verdelen mag ook na het verkleinen gebeuren.

Verkleinen

Het opwarmen en prakken is niet toegestaan voor asfaltsoorten met korrelgrootten ≥ 11 mm.

Bij een grootste korreldiameter van bijvoorbeeld 32 mm (bijvoorbeeld GAB 0/32) heeft deze grootste korrel namelijk al een massa die ongeveer gelijk is aan 50% van de massa van het benodigde analysemonster.

Het verdelen tot een representatief analysemonster van slechts 100 g is daarmee onmogelijk.

Bij een grootste korreldiameter van 11 mm is deze massa nog slechts ongeveer 2% van de massa van het analysemonster.

Daarom zijn twee mogelijke routes aangegeven voor het verkleinen om tot een analysemonster te komen:

Grove asfaltsoorten (grover dan 0/11) en asfaltgranulaat (met onbekende grootste korrel)

Koel het monster gedurende ten minste 1,5 uur bij een temperatuur van -18 °C of lager, zodat het bitumen bros wordt en bij het breken geen versmering van de apparatuur zal optreden.

Breek het asfalt in een (kaak)breker tot < 10 mm.

Droog het monster bij 60 ± 5 °C.

Fijne asfaltsoorten (ten hoogste 0/11)

Deze fijne asfaltsoorten mogen ook via de route voor grove asfaltsoorten (grover dan 0/11) worden verkleind.

Breng het monster of de (meng)monsters over in een metalen schaal (mengmonsters bij elkaar).

Verwarm het (de) verkregen deelmonster(s) in de droogstoof (ten hoogste 1 uur) bij ten hoogste 115 °C, tot het materiaal uit elkaar valt.

Ook als voor het verwarmen van de monsters gebruik wordt gemaakt van een magnetron, mag de temperatuur van het monster niet hoger dan 115 °C worden.

Homogeniseer het opgewarmde monster met een schoon plamuurmes.

Gebruik voor elk (meng)monster een ander plamuurmes of maak het tussentijds zeer goed schoon.

Er mogen geen zichtbare verontreinigingen (bitumen resten) aanwezig zijn.

Bereiding referentie teeroplossing

Voor het bereiden van de referentie teeroplossing wordt een hoeveelheid standaard teer opgelost in dichloormethaan tot een PAK10-gehalte van 50 mg/l.

Als hiervan 10 µl wordt toegevoegd aan een druppel van 30 µl teevrij asfaltextract (massaverhouding: 1 deel asfalt op 4 delen dichloormethaan), levert dit een PAK-concentratie in dit mengsel, die gelijk is aan die van een DLC-extract van asfalt met ongeveer 50 mg/kg PAK10.

Draag bij de volgende werkzaamheden handschoenen.

Weeg ± 30 mg met een nauwkeurigheid van 0,1 mg (of beter) standaard teer af in een klein bekersglasje of weegflesje met een wijde hals.

Nota bene.

Het wordt afgeraden om deze inweeg in de grote monsterfles of kolf te doen, omdat de inweeg zeer klein moet zijn en op een analytische balans met een relatief beperkt weegbereik moet worden uitgevoerd.

Bovendien is de bewegingsruimte binnen het windscherm rond deze balans zeer beperkt en is correctie van de inweeg moeilijk uitvoerbaar.

Noteer de daadwerkelijke inweeg standaard teer (Y) tot op 0,1 mg nauwkeurig en de dichtheid ρ van het gebruikte dichloormethaan.

Voeg een kleine hoeveelheid dichloormethaan toe.

Dek het bekersglasje af met een horlogeglas en laat de teer gedurende 1 uur oplossen. Bij gebruik van een weegflesje kan dit op de schudtafel worden geplaatst om het oplossen te versnellen.

Bereken de benodigde hoeveelheid dichloormethaan met de volgende formule:

$a = (Y \cdot X \cdot \rho) / (c \cdot 1000)$ waarin:

a = de hoeveelheid dichloormethaan in g;

Y = afgewogen hoeveelheid standaard teer in g;

X = PAK₁₀-gehalte van de standaard teer in mg/kg;

c = gewenste PAK₁₀-concentratie van 50 mg/l;

ρ = dichtheid van de gebruikte dichloormethaan in g/l.

Weeg de maatkolf of monsterfles van 250 ml op 0,1 g nauwkeurig (of beter) en noteer de massa (K).

De kolf of fles moet goed afgesloten kunnen worden.

Bereken de benodigde eindmassa ($T = K + Y + a$) van kolf, standaard teer en dichloormethaan.

Breng de oplossing uit het bekersglasje of weegflesje kwantitatief over in de maatkolf of monsterfles.

Spoel het bekersglasje enkele malen na met kleine hoeveelheden dichloormethaan en voeg dit steeds toe aan de maatkolf of monsterfles, maar zorg ervoor dat de benodigde eindmassa (T) niet wordt overschreden.

Vul de maatkolf of monsterfles aan met dichloormethaan, tot de benodigde eindmassa (T) is bereikt.

Schud de maatkolf of monsterfles tot een homogene oplossing is bereikt en breng de referentiestandaard over in de kleine monsterflesjes en sluit deze af.

De houdbaarheid van deze flesjes is nagenoeg onbeperkt. Door de flesjes na afsluiten op een analytische balans te wegen, kan het massaverlies (indamping) in de tijd worden bepaald.

Bereiding loopvloeistof

De loopvloeistof moet bestaan uit 85 % (V/V) n-hexaan en 15 % (V/V) toluen.

Draag bij de volgende werkzaamheden handschoenen.

De loopvloeistof is een dag houdbaar.

Bepaal de gewenste hoeveelheid loopvloeistof L ml.

Meet $0,85 \cdot L$ ml n-hexaan af in een passende maatcilinder.

Meet $0,15 \cdot L$ ml toluen af in een passende maatcilinder.

Breng deze hoeveelheden samen in een geschikte container en homogeniseer de vloeistof.

Als het laboratorium langer dan 1 dag gebruik maakt van de loopvloeistof, dan moet het laboratorium, bijvoorbeeld door dichtheidsmetingen, aantonen dat de mengverhouding van de beide componenten nog correct is.

Een verschillende verdampingssnelheid van de componenten kan bij geopende bak leiden tot een verschuiving in de verhouding in de vloeistof.

Uitvoering DLC-proef

Draag tijdens de uitvoering handschoenen.

Vul de glazen ontwikkelbak tot een hoogte van ongeveer 10 mm met de voorgeschreven loopvloeistof en sluit de bak onmiddellijk af, zodat de lucht boven de vloeistof verzadigd raakt met damp (n-hexaan en toluen).

Homogeniseer het voorbehandelde asfaltmonster en weeg hiervan $M \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ af in een monsterpot van 500 ml en voeg hieraan $4 M \text{ g} \pm 0,4 \text{ g}$ dichloormethaan toe.

Nota bene:

In het algemeen wordt uitgegaan van een inweeg van ongeveer 100 g asfaltgranulaat, zodat de invloed van de korrelgrootte in het verkleinde asfaltmonster geen noemenswaardige invloed kan hebben op het resultaat (zie onder het kopje verkleinen).

Bepaal het totaalgewicht van asfaltmonster, pot (zonder deksel) en oplosmiddel (= $A \pm 0,1$ g) en sluit de monsterpot af met een deksel (indien gewenst voorzien van een ontluchtingsgaatje om overdruk door verdamping van dichloormethaan in de pot en glasbreuk te voorkomen).

Schud de monsterpot gedurende 15 minuten met behulp van het schudapparaat of zet de monsterpot gedurende 15 minuten in het ultrasoonbad.

Verwijder het deksel en weeg het geheel nogmaals.

Als het totale gewicht meer dan 1 g is afgenomen, vul dan aan met dichloormethaan tot $A \pm 0,1$ g.

Sluit de monsterpot af met een deksel zonder gaatje, schud, als is bijgevuld, de fles nog even om en laat het extract ten minste 15 minuten bezinken.

Voorzie de DLC-platen van een 'startlijn' op ongeveer 2 cm van de onderkant en een 'eindstreep' op 130 tot 170 mm van de onderkant (100-140 mm boven het hart van de aan te brengen stippen).

Noteer onder aan de plaat onder elke positie met potlood de monstercode en de posities voor de referentie teeroplossing (R1 t/m R3), zonder daarbij de coating te beschadigen.

Spoel de chromatografiespuit met het op te brengen monsterextract of neem een schone wegwerptip (capillair en piston).

Breng naast elkaar twee stippen monsterextract aan door met behulp van de chromatografiespuit of het microliterpipet (verdringertype) 30 μ l extract op de DLC-plaat te brengen.

Plaats de stippen ongeveer 1 cm boven de startlijn,.

De stippen mogen in de ontwikkelbak de loopvloeistof zeker niet raken.

Herhaal de laatste twee stappen tot alle monsters zijn opgebracht.

Houd op elke DLC-plaat ten minste één positie open voor een referentiestip.

Plaats op de open gehouden posities R1 t/m R3 een referentiestip van een asfaltextract (eveneens 30 μ l) dat zeker geen teer bevat, en zorg dat ten minste drie van deze extra stippen in het onderzoek meelopen.

Nota bene:

Alle stippen moeten ongeveer even groot zijn.

Het verschil tussen de grootste en kleinste diameter mag niet meer dan 5 mm bedragen.

Vervang de wegwerptip of spoel de chromatografiespuit met de referentie teeroplossing (50 mg/l).

Breng op de teervrije referentiestippen een hoeveelheid referentie teeroplossing aan.

Op de referentiestippen moet respectievelijk 5, 10 en 15 μ l referentie teeroplossing (in willekeurige volgorde) worden opgebracht.

Deze volgorde moet geregistreerd worden.

Tevens wordt 15 ml van deze oplossing aangebracht op iedere tweede stip van de monsterextracten.

Bij optimaal gebruik kunnen op een plaat van 200 mm breedte ongeveer 8 stippen worden opgebracht en kunnen dus ten hoogste ongeveer 3 monsterextracten plus een referentiestip tegelijk worden opgebracht.

Plaats vervolgens de DLC-plaat rechtop in de ontwikkelbak die gevuld is met 'loopvloeistof verzadigde damp' (de vloeistof mag de stippen niet raken).

Sluit de bak.

In een bak mogen meerdere platen gelijktijdig worden geplaatst, op voorwaarde dat de platen elkaar niet raken.

Haal de platen uit de ontwikkelbak als deze over ten minste 100 mm tot ten hoogste 140 mm boven het hart van de stippen is ontwikkeld

Nota bene:

Platen mogen niet tot bovenaan ontwikkeld worden, omdat de vloeistofstroom dan tot stilstand komt.

De chromatogrammen zullen dan alzijdig gaan uitlopen in stilstaande vloeistof.

Platen mogen tussentijds niet uit de ontwikkelbak worden genomen.

Droog de DLC-plaat in de zuurkast of in een geforceerd geventileerde droogstoof bij ten hoogste 60 °C.

Beoordeel eerst de ontstane chromatogrammen van de referentiestippen onder UV-licht bij 366 nm en rapporteer de waarnemingen bij de laborant die de referentie teeroplossing heeft opgebracht.

In de referentiemonsters waaraan 10 en 15 μ l referentie teeroplossing is toegevoegd moet door de beoordelaar fluorescentie worden gerapporteerd.

In het monster waaraan 5 μ l is toegevoegd bij voorkeur niet.

Als aan de voorgaande voorwaarde wordt voldaan, dan is de laborant geschikt en mag hij of zij de beoordeling van de chromatogrammen verder uitvoeren, zoals in het volgende punt is beschreven. Als niet wordt voldaan, dan moet een andere laborant de voorgaande stap uitvoeren om diens geschiktheid te beoordelen.

Beoordeel of in de chromatogrammen van stippen waaraan standaard teeroplossing is toegevoegd fluorescentie wordt waargenomen of niet.

Zo niet, dan is nader onderzoek noodzakelijk, omdat de matrix in het monster de beoordeling verstoort.

Beoordeel of in de chromatogrammen van monsterextracten waaraan geen standaard teeroplossing is toegevoegd fluorescentie wordt waargenomen of niet.

Bij waargenomen fluorescentie moet het vlekkenpatroon overeenkomen met dat van de chromatogrammen waaraan de referentie teeroplossing is toegevoegd.

Er zijn twee mogelijkheden voor classificatie:

- 'Geen fluorescentie' duidt op een teervrij asfaltmonster en het PAK10-gehalte mag < 50 mg/kg worden verondersteld;
- 'Fluorescentie' duidt op een teerverdacht asfaltmonster en het PAK10-gehalte moet of aanvullend worden bepaald of het monster wordt als teerhoudend gekwalificeerd.

De aanvullende analyse mag met behulp van een GC-MS-analyse op het DLC-extract.

Eventueel kunnen nieuwe mengmonsters worden samengesteld en worden geanalyseerd om na te gaan of bepaalde onderdelen van het asfaltpakket toch als teerhoudend of teervrij uit elkaar gehaald kunnen worden.

Dit is echter alleen zinvol als deze scheiding ook mogelijk lijkt door selectief frezen tijdens het verwijderen van de asfaltverharding.

Nota bene:

De aanduidingen ≤ 50 mg/kg PAK10 of > 50 mg/kg PAK10 mogen niet als uitslag van de DLC-proef worden gerapporteerd, omdat feitelijk geen PAK10 wordt geanalyseerd.

De Raad voor Accreditatie accepteert wel een toelichting op de uitslagen 'fluorescentie' en 'geen fluorescentie' met een verwijzing naar de waarnemingsgrens maar niet het rapporteren daarvan.

Nota bene:

Naast PAK-analyse met GC-MS op het dichloormethaan extract is het ook mogelijk om PAK-analyse met GC-MS of HPLC uit te voeren op asfaltmonsters, waarbij het analytisch laboratorium de voorbehandeling en de extractie uitvoert.

Als het PAK10-gehalte kwantitatief vastgesteld moet worden door middel van GC-MS-analyse, dan kan dit gebeuren door het bewaarde DLC-extract aan een analytisch laboratorium aan te bieden en het gehalte in dit dichloormethaanextract te laten bepalen.

Op basis van de dichtheid van het oplosmiddel (dichloormethaan 1,315 g/ml) en de massaverhouding oplosmiddel/monster (4 : 1) kan uit de concentratie (C) het PAK-gehalte in het asfalt worden teruggerekend: $C \cdot (4 / 1,315)$.