

NN31396.1959.2

STICHTING VOOR BODEMKARTERING

WAGENINGEN



Rapport nr. 1959

Lichtmicroscopie, beeldanalyse en elektronenmicroscopie van met zware metalen verontreinigde grondmonsters uit kolomproeven

Rapport nr. 1959

Lichtmicroscopie, beeldanalyse en elektronenmi-
croscopie van met zware metalen verontreinigde
grondmonsters uit kolomproeven

STICHTING VOOR BODEMKARTERING

© 1986 STIBOKA

Postbus 98

6700 AB Wageningen

Tel. 08370 - 19100

De Stichting voor Bodemkartering aanvaardt geen aansprakelijkheid voor eventuele schade voortvloeiend uit het gebruik van de resultaten van dit onderzoek of de toepassing van de adviezen.

Niets uit deze uitgave mag worden veeelvoudigd en/of openbaar gemaakt door middel van druk, fotokopie, microfilm en op welke andere wijze ook zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van de Stichting voor Bodemkartering en het Rijksinstituut voor Drinkwatervoorziening.

Project nr. 245.45.73

2.10.86/is

Rapport nr. 1959 ^{II}

LICHTMICROSCOPIE, BEELDANALYSE EN ELEKTRONENMI-
CROSCOPIE VAN MET ZWARE METALEN VERONTREINIGDE
GRONDMONSTERS UIT KOLOMPROEVEN

E.B.A. Bisdorn

Stichting voor Bodemkartering, Wageningen, 1986



2 DEC. 1986

JSN 254534 *

	INHOUD	Blz.
1	INLEIDING	7
2	PROEFGEGEVENS	9
3	METHODIEK	11
3.1	Slijpplaten	11
3.2	Lichtmicroscopie	13
3.3	Beeldanalyse	14
3.4	Elektronenmicroscopie	15
4	RESULTATEN	17
4.1	Samenstelling van de neerslagen	17
4.1.1	Lichtmicroscopie	17
4.1.2	Elektronenmicroscopie	23
4.2	Distributie van de neerslagen	26
4.3	Hoeveelheden neerslag	32
5	SAMENVATTING EN CONCLUSIES	41
	LITERATUUR	45
	TABELLEN	
1	Bemonsteringsdiepten voor slijpplaten in drie proefkolommen	27
2	Zwarte neerslag in de poriën van slijpplaten	38
3	Bruine neerslag in de poriën van slijpplaten	38
	FIGUREN	
1	Elektronenmicroscopie van een gedeelte uit een zwarte band op 25-30 cm diepte in kolom 3.	18 t/m 22
2	Puntanalyse van een bruine band op 25-30 cm diepte in kolom 3.	25
3	Distributiepatronen van zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslag in drie slijpplaten van kolom 1.	29
4	Distributiepatronen van drie typen neerslagen in drie slijpplaten van kolom 2.	30
5	Distributiepatronen van neerslagen in drie slijpplaten van kolom 3.	31
6	Hoeveelheden neerslag in kolom 1.	34
7	Hoeveelheden neerslag in kolom 2.	35
8	Hoeveelheden neerslag in kolom 3.	39

1 INLEIDING

Op 18 november 1980 verstrekte het Rijksinstituut voor Drinkwatervoorziening (RID) een opdracht voor het analyseren van met zware metalen verontreinigde grondmonsters aan de Stichting voor Bodemkartering (STIBOKA). Het betrof onderzoek naar de zware metalen koper (Cu), zink (Zn), nikkel (Ni) en lood (Pb) welke vanuit een vuilstort in de onderliggende grond kunnen binnendringen. De zware metalen waren aanwezig in kolommen waarmee de RID de werkelijke situatie, zoals deze in de vuilstort van Ambt Delden optrad, door middel van kolomproeven nabootste.

In de proefkolommen werd gewerkt met kalkhoudend duinzand (kolom 1), kalkhoudend duinzand met fijnverdeelde klei (kolom 2) en kalkhoudend duinzand met brokken klei (kolom 3). Omdat, op het minder mobiele Cu na, bekend was dat er geen neerslag van verbindingen met zware metalen zou optreden indien er vetzuren in de percolerende vloeistof aanwezig waren, werd tijdens de proeven gewerkt met synthetisch vuilstortwater zonder vetzuren. Onder deze omstandigheden traden wel neerslagen met zware-metaalverbindingen op verschillende diepten in de proefkolommen op (Lagas en Loch 1981).

STIBOKA werd gevraagd om grondmonsters uit de kolommen met röntgendiffractie en micromorfologische technieken te onderzoeken en zo de natte chemische analyses en de hydrologische metingen van het RID aan te vullen. Voor het röntgendiffractie-onderzoek werd met los materiaal gewerkt dat bestond uit een concentraat van de neerslagen met zware metalen (Breeuwsma en Balkema 1981). Het in situ micromorfologische onderzoek, waarvoor de grondmonsters met plastic verhard moeten worden, om er hierna dunne coupes of slijpplaatjes van te kunnen maken die met de lichtmicroscoop onderzocht kunnen worden, verliep minder voorspoedig.

Onder normale omstandigheden wordt de plastic, waarmee de grond-

monsters onder vacuüm omstandigheden geïmpregneerd worden, na een periode van enkele weken tot enige maanden hard. Om nu nog niet bekende redenen was dit niet het geval en behoorden de grondmonsters tot een categorie van bodemonsters met hardingsproblemen. Wel konden van enkele monsters uit kolom 1 kleine slijpplaatjes vervaardigd worden. De resultaten van lichtmicroscopisch en elektronenmicroscopisch onderzoek aan deze slijpplaatjes werden met die van van de RID gecorreleerd en te zamen gepubliceerd (Bisdorf et al. 1981 en 1983a).

Na verloop van 18 maanden werd een manier gevonden om de grondmonsters toch te laten uitharden en deze bestond uit het toepassen van gamma-straling. Deze nieuwe methode werd aangegeven in onze gezamenlijke publikatie van 1983 en stelde ons in staat om de grondmonsters tot slijpplaten en slijpplaatjes te verwerken. Daarom is het nu mogelijk om de resultaten van het lichtmicroscopische en elektronenmicroscopische onderzoek van 14 grote en enkele kleine slijpplaten te bespreken. Naast deze analysemethoden werd ook beeldanalyse toegepast om antwoord te geven op de gestelde vragen.

De door het RID gestelde vragen hadden te maken met de samenstelling en hoeveelheden van de neerslagen in de proefkolommen, de herkenbare typen neerslagen, de distributie van de neerslagen in de drie kolommen, en met de invloed die fijnverdeelde klei (kolom 2) of brokken klei (kolom 3) zouden uitoefenen op de neerslagen nadat deze aan het kalkrijke duinzand (kolom 1) waren toegevoegd.

Dit rapport kan in twee gedeelten opgesplitst worden; methodieken en resultaten. Onder methodieken wordt uitgelegd wat men kan doen met lichtmicroscopie, beeldanalyse en elektronenmicroscopie. Onder resultaten wordt uitgelegd wat de combinatie van deze technieken heeft gedaan voor het beantwoorden van de vragen van het RID.

2 PROEFGEGEVENS

Alle proefgegevens van de drie kolommen zijn in het rapport van Lagas en Loch (1981) van het RID beschreven. Hier volgen een paar hoofdzaken. Voor de proeven werden kolommen met een diameter van ca. 18 cm en een lengte van 110 cm gebruikt. Kolom 1 werd gevuld met kalkrijk duinzand, in kolom 2 werd aan dit zand fijnverdeelde klei toegevoegd en in kolom 3 kleibrokken. De klei in de kolommen 2 en 3 was een kalkhoudende zeeklei met 12% CaCO_3 , terwijl het kalkgehalte van het duinzand in de drie kolommen 1,8% was. De gewichtsverhouding zand:klei in de kolommen 2 en 3 was 10:1.

De drie kolommen maakten deel uit van een groter opgezet experiment waarin zes proefkolommen gebruikt werden. Drie kolommen werden niet bestudeerd omdat het percolaat naast de zware metalen vetzuren bevatte en er zich geen neerslag vormde onder deze omstandigheden. Percolaat zonder vetzuren leverde wel neerslagen met zware-metaalverbindingen op in de door ons bestudeerde kolommen. De laatste omstandigheden zouden in de methanogene fase van een vuilstort kunnen optreden (Hoeks 1978). Deze methanogene fase is de laatste fase die, na de aerobe en verzuringsfase, optreedt in vuilstorten waarin microbiologische processen organisch materiaal omzetten. Deze fase was na ongeveer zeven jaar nog niet bereikt in de vuilstort van Ambt-Delden, Overijssel. Het percolaat uit de vuilstort bevatte nog 40 g vetzuur per liter en in Ambt-Delden was de verzuringsfase nog aanwezig.

In de percolatievloei stof kwamen de macro-elementen Na, K, NH_4 , Ca, Mg, Mn en Fe voor naast de anionen Cl^- , SO_4^{2-} en HCO_3^- . De zware metalen Cu, Pb en Ni werden in een concentratie van 1 millimol per liter toegevoegd. Deze concentraties zijn aanzienlijk hoger dan in het percolaat van de vuilstort. Dit is echter gedaan om de eigenschappen van de zware metalen onderling te kunnen vergelijken en om goed meetbare concentraties

te krijgen, zodat juist en nauwkeurig kon worden gemeten. De concentratie van het zware metaal Zn was wel vergelijkbaar met de concentratie in de vuilstort (1 mmol per liter).

Gedurende de ongeveer zeven maanden durende proef werd in de 110 cm hoge kolommen gewerkt met een verzadigde stroming en een percolatiesnelheid van 16 mm per dag. Het percolatiedebiet was hiermee ongeveer 8x zo groot als de natuurlijke neerslag. Onder de vuilstort zelf zal het percolatiedebiet aanzienlijk lager zijn en zal er sprake zijn van een onverzadigde stroming.

3 METHODIEK

3.1 Slijpplaten

Een slijpplaat wordt gemaakt om grond in een niet of nauwelijks verstoorde toestand met de lichtmicroscop te bestuderen. Hier-voor wordt de grond met plastic geïmpregneerd onder vacuüm en kan, nadat de plastic hard geworden is, overgegaan worden tot het maken van slijpplaten volgens een procedure beschreven door Jongerius en Heintzberger (1975). In dit geval werkte deze methode echter niet en was harding van de plastic pas mogelijk nadat uitgevonden was dat dit met gamma-straling kon gebeuren (Bisdom et al. 1983a).

De door ons genomen monsters uit de proefkolommen waren 15-8-5 cm. Deze monsters zaten in blikken. In totaal werden er 14 monsters genomen (tabel 1). De bemonsterde diepte was 5 cm, het horizontale oppervlak 15 x 8 cm en het volume van ieder monster dus 600 cm³. Uiteindelijk wordt slechts een klein gedeelte van dit monster voor de slijpplaat gebruikt omdat deze slechts 25 µm dik hoeft te zijn in plaats van de 5 cm dikte die beschikbaar is. Dit komt omdat op deze manier vrijwel ongestoorde coupes gemaakt kunnen worden van de grond en men ook nog reservemateriaal overhoudt. Dunnere monsters van zandhoudende gronden kunnen vaak bij de bemonstering, of bij het daaropvolgende drogen in het laboratorium, uiteenvallen indien geen speciale bemonsteringsmethoden gebruikt worden.

Bij het drogen in het laboratorium werden de, onder gereduceerde omstandigheden van de proef hoofdzakelijk zwart-grijze monsters, voor een gedeelte bruin gekleurd. De verkleuring had ook nog plaats tijdens de hardingsfase van de plastic die hierna in het monster werd gebracht. De plastic is meestal te dikvloeibaar om de poriën (gaatjes) in de grond te kunnen opvullen. Daarom wordt de plastic verdund met aceton of monostyreen. De vacuüm omstandigheden tijdens de impregnatie van het grond-

monster zijn eveneens noodzakelijk om de lucht uit de poriën te verwijderen en zodoende ruimte te maken voor de plastic. Nadat de plastic in het monster is gedrongen moet de verdunner weer gelegenheid krijgen om te verdampen en hierna kan zij harden.

Na harding van de plastic wordt ieder monster van 15-8-5 cm in ongeveer 1 cm dikke plakken gezaagd en één van deze plakken uitgekozen voor het vervaardigen van een slijpplaat. Hiervoor moet eerst één kant van de plak gevlakt worden met een slijpmachine en daarna met de hand. Dit vlakke oppervlak van 15 x 8 cm wordt vervolgens met dezelfde soort plastic op doorzichtig glas geplakt of gekit. Zodra dit laagje plastic hard is, wordt het objectglas in een mal geklemd en de 1 cm dikke plak langs een zaag gehaald. Hierbij wordt de plak zo dicht mogelijk bij het glas afgesneden. Dan wordt weer met de slijpmachine en de hand gewerkt tot de slijpplaat 25 μ m dik is. Vervolgens wordt een dekglas met dezelfde soort plastic op de coupe geplakt en is deze coupe van boven en onder afgedekt door glas. Nu is de slijpplaat gereed voor bestudering met de lichtmicroscop.

Voor de elektronenmicroscop zijn veel kleinere slijpplaatjes van 5 x 3 cm nodig, eveneens met een dikte van 25 μ m. De slijp-procedure is vrijwel dezelfde maar de slijpplaatjes krijgen nu geen dekglas om het mogelijk te maken dat de primaire elektronenbundel direct op het monster valt. De van het preparaat terugkerende, en hierin opgewekte, straling kan dan gebruikt worden voor het maken van foto's van een te bestuderen object en voor in situ microchemische analyse van de aanwezige elementen. Een voordeel van deze werkwijze is dat, voordat het elektronenmicroscopische onderzoek begint, ook met de lichtmicroscop al naar de coupes gekeken is. Zodoende kan het elektronenmicroscopische onderzoek gekoppeld worden aan het lichtmicroscopische.

3.2 Lichtmicroscopie

Bodemcomponenten in slijpplaten kunnen met de lichtmicroscop bestudeerd worden, namelijk met doorvallend en opvallend licht. Doorvallend licht betekent dat het licht vanuit een lens de onderkant van de slijpplaat binnendringt, door de slijpplaat heen gaat en dan het lensenstelsel van de microscoop bereikt. Bij opvallend licht wordt het object uitsluitend van bovenaf belicht. Op deze wijze kan met de lichtmicroscop vastgesteld worden welke bodemcomponenten in de slijpplaat aanwezig zijn. Dit kan bijvoorbeeld leiden tot de optische determinatie van gekristalliseerde componenten zoals mineralen. Als de bodemcomponenten echter te klein, niet goed gekristalliseerd, amorf of opaak zijn, is determinatie met doorvallend licht niet goed of onmogelijk. In deze situatie wordt vaak de elektronenmicroscop ingeschakeld.

De lichtmicroscop wordt gewoonlijk gebruikt voor vergrotingen tot ongeveer 300 x, maar het is mogelijk om 1000 x te vergroten. Bij deze verdere uitvergrotingen worden meer details zichtbaar waardoor soms nog identificatie van kleine deeltjes mogelijk is. De lichtmicroscopische bestudering van de bodemcomponenten kan leiden tot de identificatie van deeltjes maar geeft ook informatie over vorm, afronding, grootte, aantal enz. ervan. In de bodemkunde is het herkennen van individuele componenten in de grond belangrijk maar er wordt eveneens gelet op verzamelingen van afzonderlijke deeltjes die weer een indruk geven van de opbouw en eigenschappen van de grond. Ook wordt op deze manier een overzicht verkregen van de poriën (gaatjes) in de grond en deze zijn weer belangrijk voor het transport van oplossingen en fijne deeltjes in de bodem. Om de poriën te meten wordt beeldanalyse gebruikt en deze vult de lichtmicroscopische waarnemingen aan.

3.3 Beeldanalyse

Beeldanalyse wordt bij STIBOKA uitgevoerd met de Quantimet waarvan het nieuwste model, de 920, aanwezig is. De Quantimet kan voor bodemkundige en andere onderzoeken gebruikt worden (Schoonderbeek en Kooistra 1984). Een van de voorwaarden voor het gebruik is, dat er voldoende contrast aanwezig is in de te meten foto's, kaarten enz. Dit contrast kan in het te meten onderwerp aanwezig zijn of het wordt kunstmatig versterkt. In ons geval, werden lichtmicroscopische beelden en eenheden van tekeningen gemeten. Deze tekeningen waren afkomstig van met zware metalen verontreinigde neerslagen in slijpplaten.

De Quantimet heeft een beeldscherm waarop het beeld van het te meten onderwerp, via een lichtmicroscop, epidiascoop of camera, wordt gebracht. Dan kan bekeken worden of de te onderscheiden componenten meetbaar zijn. Op het beeldscherm wordt een meetveld aangebracht dat is samengesteld uit 500 000 vierkantjes, die ook wel beeldpunten worden genoemd. De werkelijke grootte die ieder beeldpunt vertegenwoordigt, is afhankelijk van de toegepaste optische vergroting. Voor iedere vergroting is dit echter bekend.

Als het contrast goed bevonden wordt en de grootte van een beeldpunt bekend is, kunnen de maten van bodemcomponenten en onderdelen van tekeningen van verschillende soorten verontreinigde neerslagen in getallen uitgedrukt worden. Na computerverwerking, zijn dan verschillende parameters via de printer af te lezen. De parameters die van de eenheden gemeten worden zijn meestal het oppervlak, de omtrek en een aantal diameters. Bij dit onderzoek werden de hoeveelheden van de verschillende soorten neerslag gemeten en de mate waarin deze neerslag de poriën opvulde.

3.4 Elektronenmicroscopie

De elektronenmicroscop, in ons geval een rasterelektronenmicroscop, kan op twee manieren gebruikt worden. De eerste is het maken van vergrotingen tot 30 000 x en meer. De tweede manier is minder bekend en houdt in dat een droge chemische analyse op een onafgedekte slijpplaat gedaan kan worden. Hierbij kunnen hoeveelheden van zelfs 10^{-18} g vaak nog gemeten worden. Niet alleen de elektronenmicroscopie is hiertoe in staat, maar bijvoorbeeld ook de ionenmicroscopie, waarbij zelfs sporenelementen in de slijpplaat onderzocht kunnen worden (Bisdorf et al. 1983b). Deze vorm van droge chemie wordt ook wel microchemie genoemd, om aan te duiden dat veel geringere hoeveelheden stof onderzocht kunnen worden dan met natte chemie van oplossingen. Zo kan neerslag, die als een huidje op één zandkorrel zit, reeds zeer veel meetpunten opleveren.

De werking van de elektronenmicroscop berust op het verschijnsel dat een te onderzoeken monster interactie ondergaat met een bepaald soort straling, nl. primaire elektronen die in een bundel op het preparaat vallen. Hierbij komt karakteristieke straling uit het monster vrij en deze kan voor de studie van de morfologie van bodemcomponenten gebruikt worden nadat secundaire elektronen opgevangen zijn in een detector. Als vrijkomende röntgenstraling opgevangen wordt, kan microchemische informatie van dezelfde bodemcomponenten verkregen worden. In ons geval werden de morfologische beelden niet met secundaire maar met backscattered elektronen gemaakt om een beter contrast tussen de bodemcomponenten in de slijpplaat te verkrijgen. Dit betere contrast is weer nodig voor een goede beeldanalyse van de gemaakte foto's.

Er zijn drie manieren om röntgenmicroanalyse uit te voeren, namelijk oppervlakteanalyse, de "line scan" en de puntanalyse. De oppervlakteanalyse is het minst nauwkeurig terwijl de puntanalyse het nauwkeurigste is. Zowel de oppervlakteanalyse als de line scan zijn uit puntanalyses opgebouwd, maar dienen voor

het overzicht van een bepaald chemisch element zoals dit over een oppervlak of langs een lijn op het preparaat voorkomt. Deze twee methoden van röntgen-microanalyse leveren geen kwantitatieve gegevens op over de hoeveelheid van de verschillende chemische elementen die in een bodemcomponent aanwezig zijn. Zij dienen er uitsluitend voor om snel vast te stellen waar bepaalde chemische elementen in een slijpplaat geconcentreerd zijn. Kwantificatie kan alleen gebeuren met puntanalyses en met een golflengte-dispersief detectiesysteem. Semi-kwantitatieve analyses worden verkregen indien een energie-dispersief detectiesysteem voor de puntanalyses gebruikt wordt. De reeds genoemde 10^{-18} g, die gedetecteerd wordt, komt van een gebiedje met een doorsnede van ongeveer 1 μm aan het oppervlak van een slijpplaat en een klein volume daaronder. In dit onderzoek werd gebruik gemaakt van oppervlakteanalyses en kwantitatieve en semi-kwantitatieve puntanalyses.

4 RESULTATEN

4.1 Samenstelling van de neerslagen

4.1.1 Lichtmicroscopie

Tijdens lichtmicroscopisch onderzoek van 14 grote slijpplaten bleek dat de meeste neerslagen amorf of niet goed gekristalliseerd waren. Eerder röntgendiffractieonderzoek, aan los materiaal, van de neerslagen had wel aangetoond dat FeS (mackinawiet) en PbS (loodglans) in de neerslagen aanwezig waren (Breeuwsma en Balkema 1981). Dit betekent dat mineralen, niet goed gekristalliseerde en amorfe stoffen naast elkaar in de neerslagen kunnen voorkomen.

De neerslagen zelf waren opaak (niet doorzichtig) of transparent in de lichtmicroscoop. De opake of zwarte neerslagen toonden, zowel met doorvallend als opvallend licht, geen goede kristallisatie. De transparante neerslagen waren vooral bruin en amorf. Dit betekent dat mackinawiet en loodglans hoofdzakelijk in de zwarte neerslag aanwezig moeten zijn. Of dit inderdaad het geval is werd eveneens onderzocht met de elektronenmicroscoop.

Naast de zwarte en bruine neerslagen kwamen ook gemengd zwart-bruine neerslagen in de slijpplaten voor. De bruinkleuring moet gedeeltelijk als een artefact beschouwd worden, die ontstond toen de monsters van een reductief in een oxidatief milieu terecht kwamen. De oorspronkelijke neerslag was hoofdzakelijk zwart tot grijs gekleurd onder de reducerende omstandigheden van het experiment en de bruinkleuring trad vooral op tijdens het drogen van het monster en gedurende het harden van de plastic.

Met de lichtmicroscoop werden alle slijpplaten bekeken en tenslotte werd besloten dat alle neerslagen getypeerd konden wor-

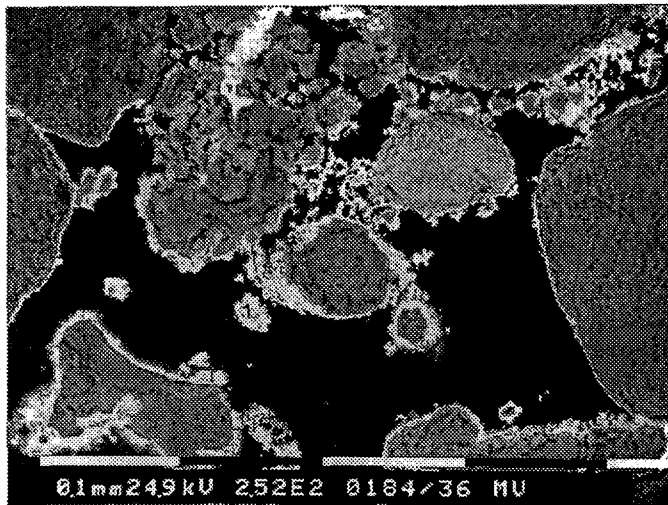


Foto 1 Zandkorrels die geheel of gedeeltelijk omgeven zijn met huidjes (wit), die uit met zware metalen verontreinigde neerslag bestaan (grijs = korrels; zwart = poriën of holten).

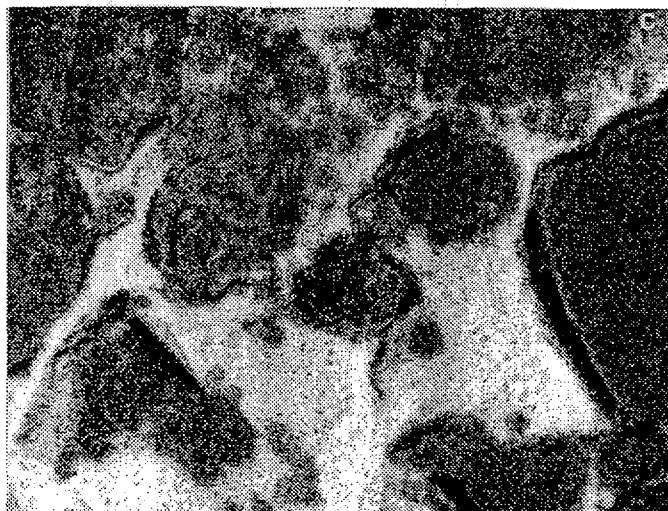


Foto 2 Koolstof (C)

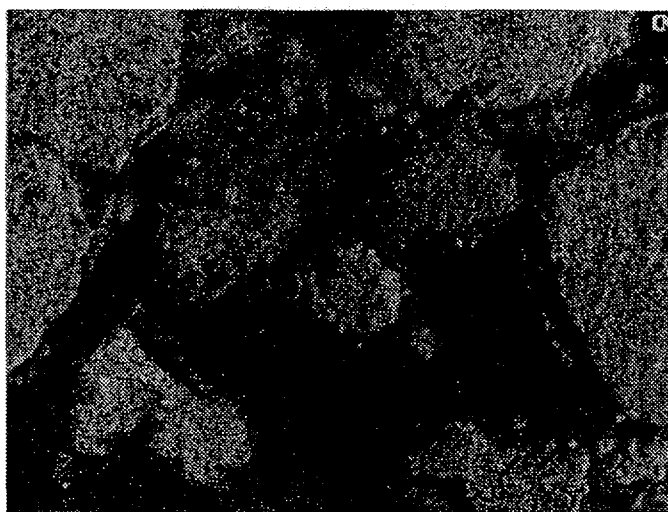


Foto 3 Zuurstof (O)

Fig. 1 Elektronenmicroscopie van een gedeelte uit een zwarte band op 25-30 cm diepte in Kolom 3. Foto 1 toont de basissituatie, de foto's 2 t/m 14 tonen met wit de plaats van een chemisch element op foto 1 aan. Meer witte stippen betekent een hogere concentratie van een element op die plaats. Foto 15 geeft een aantal pieken van chemische elementen en op foto 16 zijn deze pieken verwerkt tot kwantitatieve meetgegevens (zie volgende pagina's).

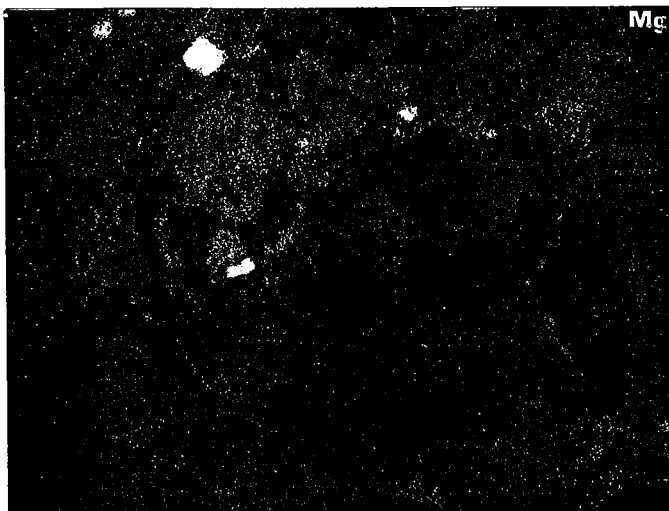


Foto 4 Magnesium (Mg)



Foto 5 Aluminium (Al)



Foto 6 Silicium (Si)

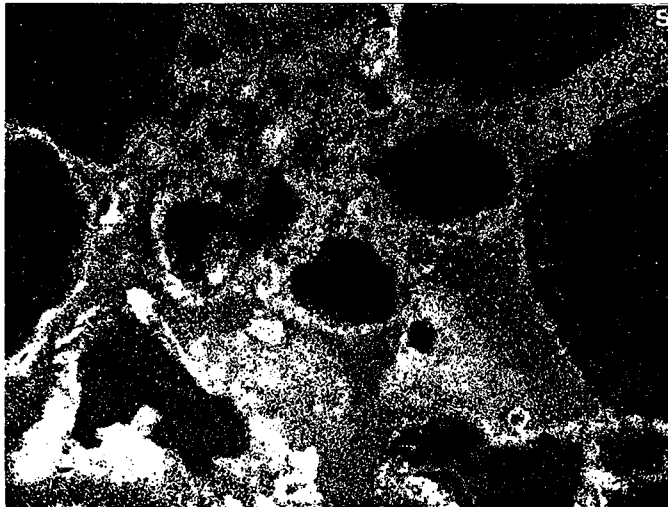


Foto 7 Zwavel (S)

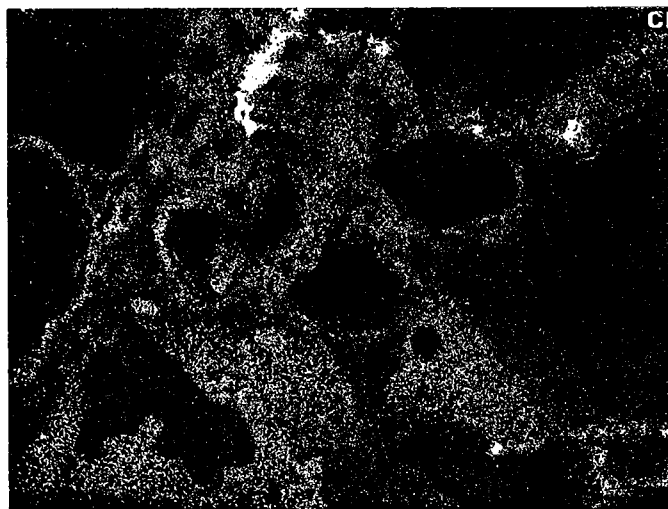


Foto 8 Chloor (Cl)

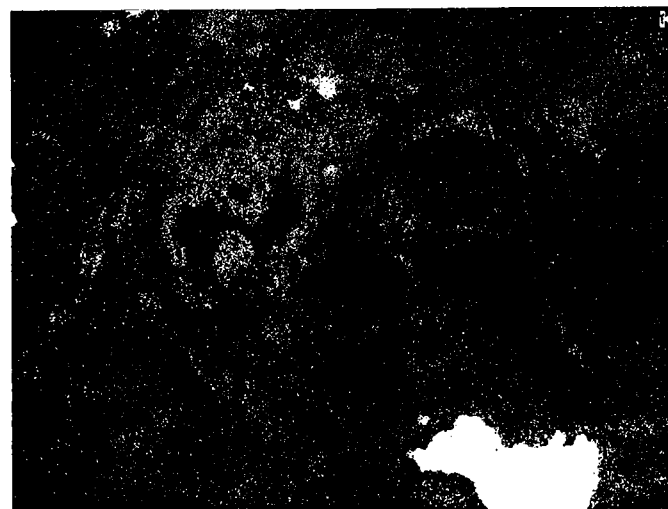


Foto 9 Kalium (K)

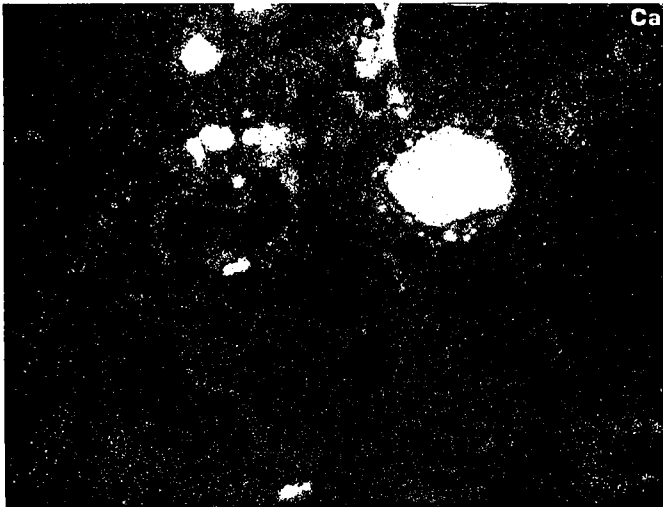


Foto 10 Calcium (Ca)

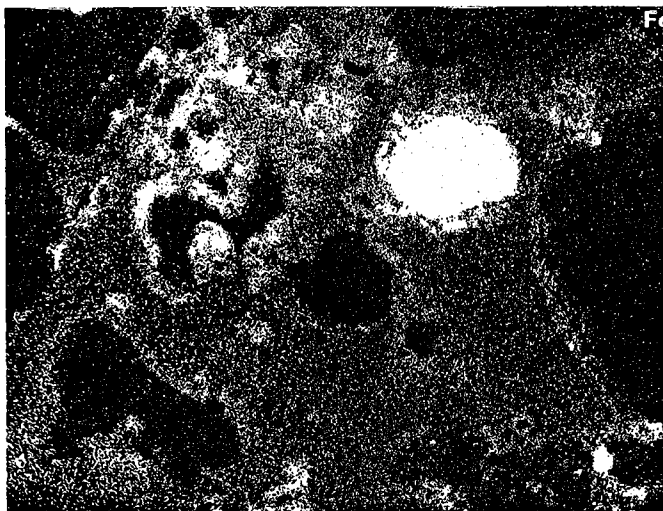


Foto 11 IJzer (Fe)

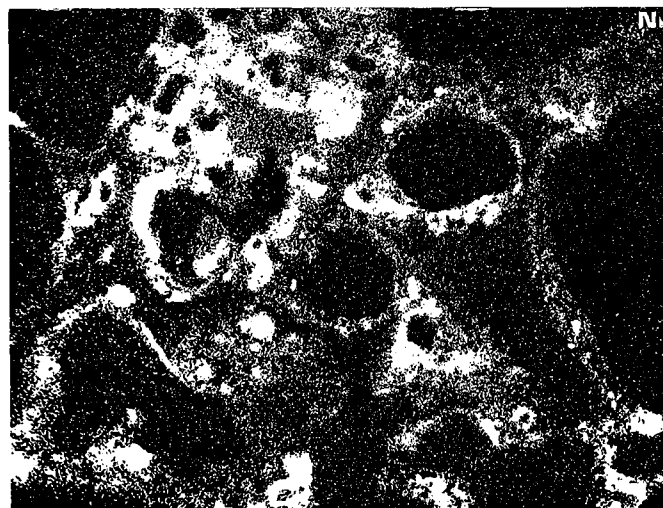


Foto 12 Nikkel (Ni)

31.1.88



Foto 13 Zink (Zn)

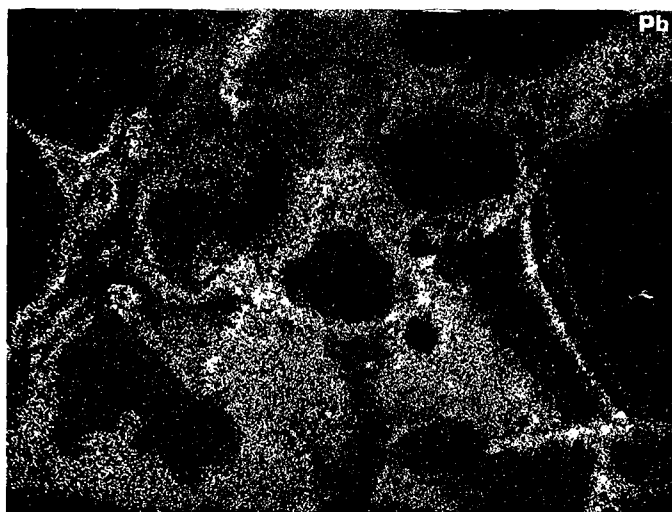


Foto 14 Lood (Pb)

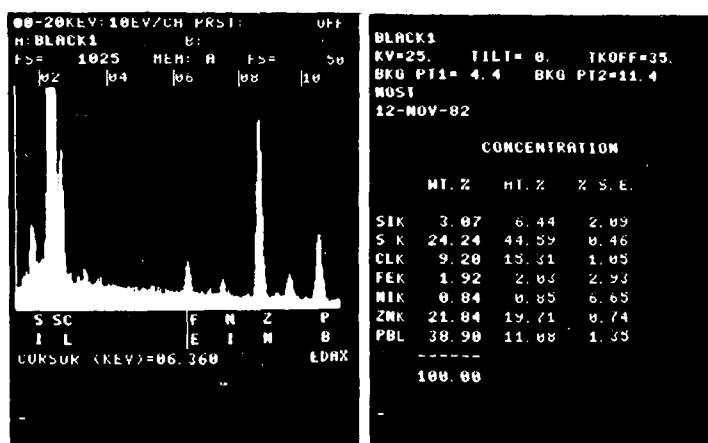


Foto 15 en 16 Punt 1 in foto 1.
Pieken en kwantitatieve meet-
gegevens (WT. % = massaper-
centage; AT. % = atoomper-
centage; % S.E. = standaard-
afwijking) van Si, S, Cl, Fe, Ni,
Zn en Pb, zoals die op het
beeldscherm worden weerge-
geven.

31 1 86

den door drie neerslagen, nl. zwart, bruin en gemengd zwart-bruin. Echter, voordat deze drie soorten neerslagen tot hoofdtypen gebombardeerd konden worden, was het noodzakelijk om de samenstelling of identiteit van ieder type neerslag vast te stellen met de elektronenmicroscoop en zo te zien of deze onderverdeling zinvol was of niet.

4.1.2 Elektronenmicroscopie

Met de elektronenmicroscoop kan men zowel uitvergroten als microchemisch analyseren aan bodemcomponenten in slijpplaten. Het uitvergroten werd tot 100 000 x gedaan en ook bij deze hoge vergroting werden geen duidelijke kristalletjes in de zwarte neerslag gevonden. Wel waren enkele heel kleine korreltjes geïsoleerd in een wolkige massa aanwezig. De wolkige massa gaf aan dat ook de zwarte neerslag in hoofdzaak amorf was. De met röntgendiffractie door Breeuwsma en Balkema (1981) aangetoonde mackinawiet en loodglans zouden daarom als zeer kleine kristalletjes in de kleine korreltjes aanwezig kunnen zijn (Bisdom et al. 1983a).

De microchemische analyse van de bodemcomponenten in de neerslagen van de slijpplaten werd uitgevoerd met oppervlakte- en puntanalyses. Oppervlakteanalyses gaven de distributie van een chemisch element over een gekozen gebiedje van een slijpplaat weer en zijn goed bruikbaar om de distributie van de individuele elementen over een oppervlak waar te nemen. Het zijn kwalitatieve meetgegevens, maar deze zijn geschikt om snel te zien welke chemische elementen op dezelfde plaats in een slijpplaat voorkomen.

Een voorbeeld is het voorkomen van de elementen lood en chloor in zwarte neerslag (fig. 1). Hoe meer een chemisch element aanwezig is hoe hoger de concentratie van witte stippen. Twee van deze hogere concentraties komen bovenin de twee foto's op

precies dezelfde plaats voor. Dit geeft aan dat er PbCl_2 in de zwarte neerslag aanwezig kan zijn. Puntanalyses kunnen hierna voor meer gedetailleerd onderzoek gebruikt worden.

Puntanalyses kunnen zowel semi-kwantitatieve als kwantitatieve meetgegevens opleveren. Beide typen analyses werden uitgevoerd maar slechts enkelen kwantitatief in verband met de beschikbare apparatuur en meettijd. Voorbeelden van semi-kwantitatieve en kwantitatieve metingen zijn in de vorm van pieken van chemische elementen en tabellen in fig. 1 aanwezig.

Oppervlakte- en puntanalyses kunnen zowel van gekristalliseerde, slecht gekristalliseerde, als amorfe stoffen gemaakt worden. De micro-chemische in situ analyse van de neerslagen bracht de volgende hoofdpunten naar voren:

- De met de lichtmicroscopie gemaakte indeling van zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslagen is zinvol omdat zwarte en bruine neerslagen niet alleen van kleur maar ook micro-chemisch in samenstelling verschillen.
- Zware metalen waren hoofdzakelijk in zwarte neerslag aanwezig, inclusief het zwarte-neerslaggedeelte van de gemengd zwart-bruine neerslag.
- Bruine huidjes waren hoofdzakelijk door ijzerhydroxide gekleurd en bevatten veel minder zware metalen dan de zwarte neerslag.
- Ook in de zwarte en bruine neerslagen zelf was geen sprake van een homogene verdeling van chemische elementen. Naast de zware metalen Ni, Zn, Cu en Pb werden Fe, S, Cl, Mg, Al, Si, Ca en K aangetroffen in de neerslagen.
- Puntanalyses toonden aan dat naast FeS en PbS ook NiS, ZnS, CuS en PbCl_2 in de neerslagen kunnen voorkomen.
- Het is niet bekend in welke vorm de elementen Mg, Al, Si, Ca en K in de neerslagen voorkomen. Omdat deze elementen niet als kleien in de röntgendiffractieanalyses van Breeuwsma en Balkema (1981) voorkwamen en lichtmicroscopische en elektronenmicroscopische waarnemingen aantoonden dat de neerslagen in hoofdzaak amorf waren, moeten deze chemische elementen vooral deel uitmaken van niet goed gekristalliseerde en amor-

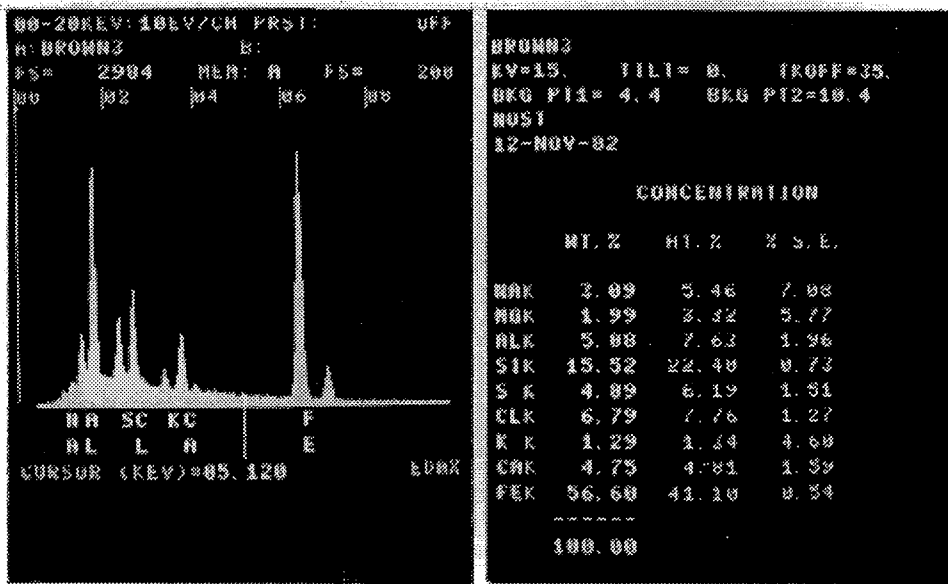
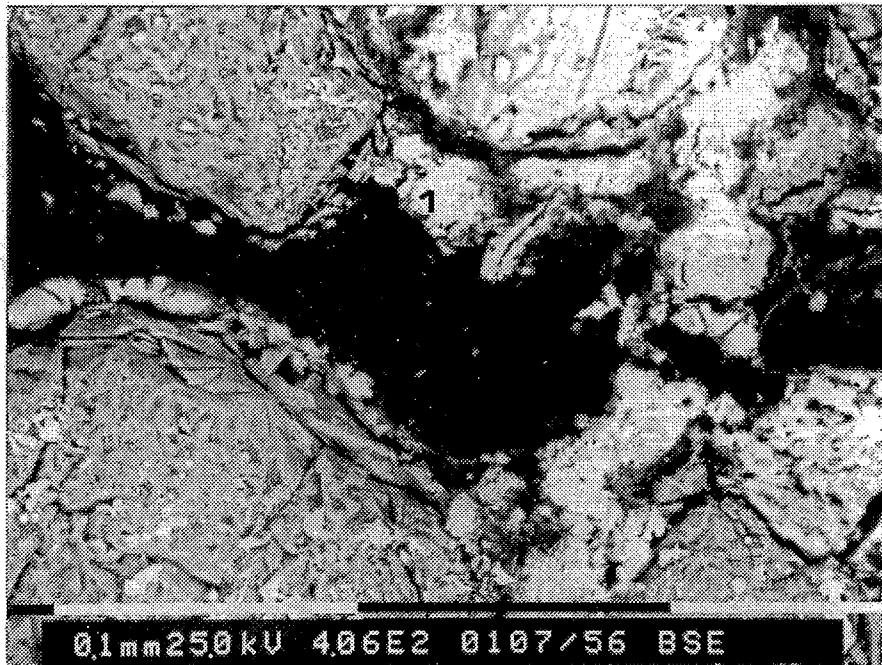


Fig. 2 Puntanalyse van een bruine band op 25-30 cm diepte in Kolom 3. Door plaatsgebrek konden niet alle chemische elementen (Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca en Fe) onder de pieken aangegeven worden, maar wel in de tabel. Het geanalyseerde punt is, evenals bij de vorige figuur, op de "back-scattered" overzichtsfoto aangegeven. Hier waren echter geen zware metalen (Ni, Cu, Zn of Pb) aanwezig maar wel ijzer.

fe stoffen in de precipitaten.

- De neerslag op één zandkorrel is vaak heterogeen van samenstelling. Dit betekent, dat er niet alleen verschillen in de concentratie van dezelfde chemische elementen kunnen optreden, maar eveneens, dat in iedere puntanalyse van de neerslag andere verbindingen aanwezig kunnen zijn.

Bovengenoemde resultaten van de microchemische elektronenmicroscopische analyses zijn af te leiden uit een reeks van metingen van zwarte (fig. 1) en bruine neerslagen (fig. 2). Er is hier verder niet ingegaan op de manier waarop dit gebeurt. De geïnteresseerde lezer wordt voor deze gegevens verwezen naar reeds met het RID gepubliceerde (Bisdorn et al. 1981; 1983a) artikelen en een overzichtsartikel dat gereed is voor publikatie.

4.2 Distributie van de neerslagen

Nadat bekend was dat de zwarte en bruine neerslagen ook verschilden in samenstelling, kon begonnen worden met het tekenen van de distributiepatronen van zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslagen in slijpplaten. De zware metalen zijn dan hoofdzakelijk in de zwarte neerslag en in het zwarte gedeelte van de gemengde neerslag geconcentreerd.

Van iedere slijpplaat, waarin met het blote oog gekleurde neerslagen waarneembaar waren, werden tekeningen gemaakt. De begrenzingen tussen de drie typen neerslagen werden met de lichtmicroscop gecontroleerd. Slijpplaten waarin met het blote oog geen gekleurde neerslag waarneembaar was, vertoonden vaak toch nog wat van deze neerslag bij bestudering met de lichtmicroscop. Van deze laatste categorie neerslagen zijn geen tekeningen gemaakt. Ook kwamen deze slijpplaten niet in aanmerking voor de in een later stadium toegepaste beeldanalyse.

Kolom 1

Deze kolom was met kalkhoudend duinzand opgevuld (tabel 1) en vertoonde, op drie van de vijf niveaus waarop slijpplaten genomen werden, gekleurde neerslag. Er was geen gekleurde neerslag aanwezig bovenin (0-5 cm) en onderin (95-100 cm) de proefkolom, maar wel op diepten van 15-20 cm, 25-30 cm en 55-60 cm (fig. 3). Tekeningen van neerslagen op deze drie diepten zijn in fig. 3 afgebeeld. Slechts een gedeelte van het oppervlak van de slijpplaat is op 15-20 cm diepte door neerslag ingenomen. Dunne banden met neerslag zijn vooral aan de periferie van het neerslaggebied aanwezig. Dit gebied is zelf continu, zonder gaten waarin geen zichtbare neerslag aanwezig is. Deze gaten komen wel voor in de neerslaggebieden van de andere slijpplaten op 25-30 cm en 55-60 cm diepte, maar de neerslag zelf is nu over de hele slijpplaat verspreid. Weer zijn de dunne banden met neerslag vooral aan de buitenkant van de slijpplaten aanwezig.

Tabel 1 Bemonsteringsdiepten (cm) voor slijpplaten in drie proefkolommen.

Kolom 1 Kalkhoudend duinzand	Kolom 2 Kalkhoudend duinzand en fijnverdeelde klei	Kolom 3 Kalkhoudend duinzand en brokken klei
0- 5	0- 5	0- 5
15- 20	15-20	25-30
25- 30	30-35	50-55
55- 60	45-50	80-85
95-100	80-85	

Alle drie soorten neerslagen (zwart, bruin en gemengd zwart-bruin) kwamen op de drie genoemde diepten in slijpplaten voor. Dit betekent dat de zware metalen van kolom 1 in ieder geval tot een diepte van 60 cm en vooral in de zwarte neerslag, aanwezig waren.

Kolom 2

In deze kolom was fijnverdeelde klei aan het kalkhoudende duinzand toegevoegd. Zichtbare neerslag ontbrak in de slijpplaat van het bovenste (0-5 cm) en onderste (80-85 cm) gedeelte van de proefkolom 2. Neerslag was wel aanwezig op diepten van 15-20 cm, 30-35 cm en 45-50 cm (fig. 4). De bovenste slijpplaat toont neerslag in een klein gebied terwijl, op enkele kleine gebieden na, de andere twee slijpplaten helemaal bedekt zijn. Op 45-50 cm diepte is vooral het onderste gedeelte van de slijpplaat met neerslag bedekt. Er zijn veel minder smalle banden met neerslag aanwezig in kolom 2 dan in kolom 1 en de neerslag treedt vooral op in brede banden en grotere oppervlakken.

Bruine en gemengd zwart-bruine neerslagen waren tot een diepte van 35 cm in de slijpplaten aanwezig, maar in de slijpplaat van 45-50 cm werd alleen bruine neerslag aangetroffen. Zware metalen werden dus in ieder geval tot een diepte van 35 cm in kolom 2 aangetroffen en, mogelijk, tot 45 cm diepte.

Kolom 3

In kolom 3 werden brokken klei aan kalkhoudend duinzand toegevoegd. In deze kolom (fig. 5) bevatte het bovenste monster, in tegenstelling tot die van de andere twee kolommen, wel zichtbare neerslag. Neerslag was ook aanwezig op 25-30 cm en 50-55 cm diepte, maar afwezig in het onderste monster op 80-85 cm diepte.

Duidelijk zichtbare banden met neerslag, waaronder smalle, kwamen bovenin de kolom voor. Deze werden breder op 25-50 cm diepte en nog breder op 50-55 cm diepte. In alle drie de slijpplaten met neerslag waren veel holten zonder zichtbare neerslag aanwezig.

De bovenste twee monsters bevatten zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslag, terwijl op een diepte van 50-55 cm de

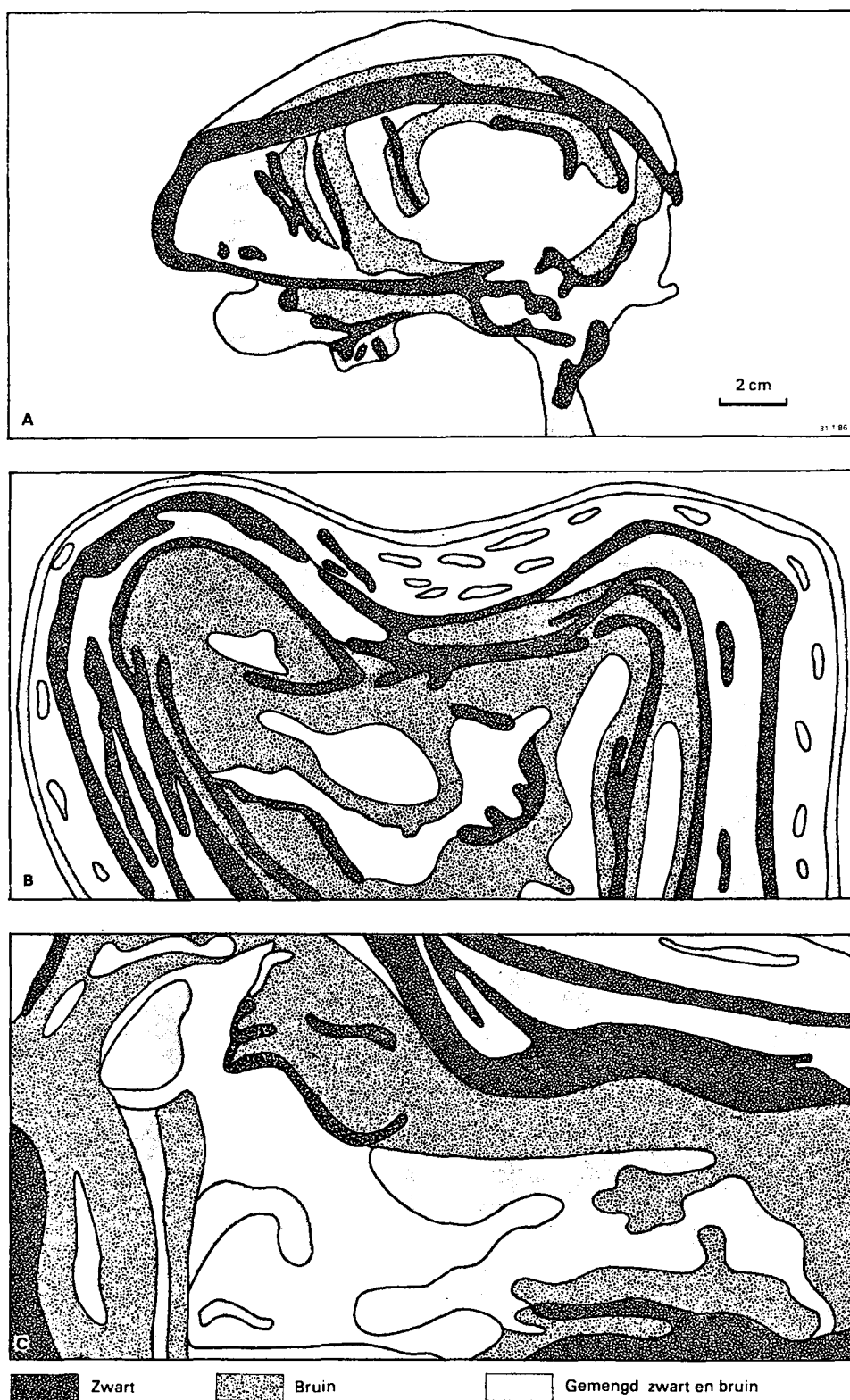


Fig. 3 Distributiepatronen van zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslag in drie slijpplaten van Kolom 1 op 15-20 cm (A), 25-30 cm (B) en 55-60 cm (C) diepte. De kolom was met kalkhoudend duinzand gevuld.

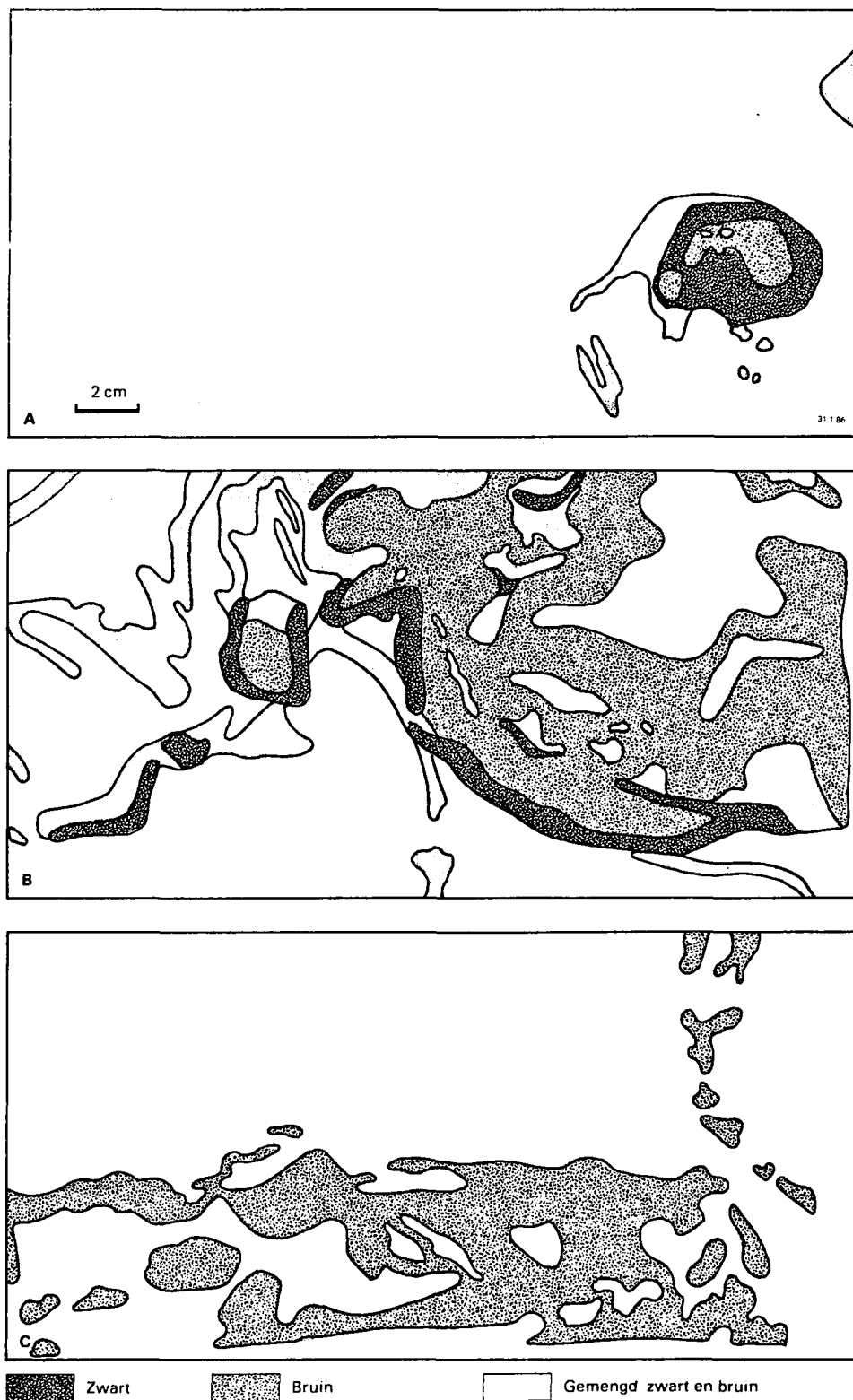


Fig. 4 Distributiepatronen van drie typen neerslagen in drie slijpplaten van Kolom 2 op 15-20 cm (A), 30-35 cm (B) en 45-50 cm (C) diepte. In deze kolom was kalkhoudend duinzand met fijnverdeelde klei aanwezig.

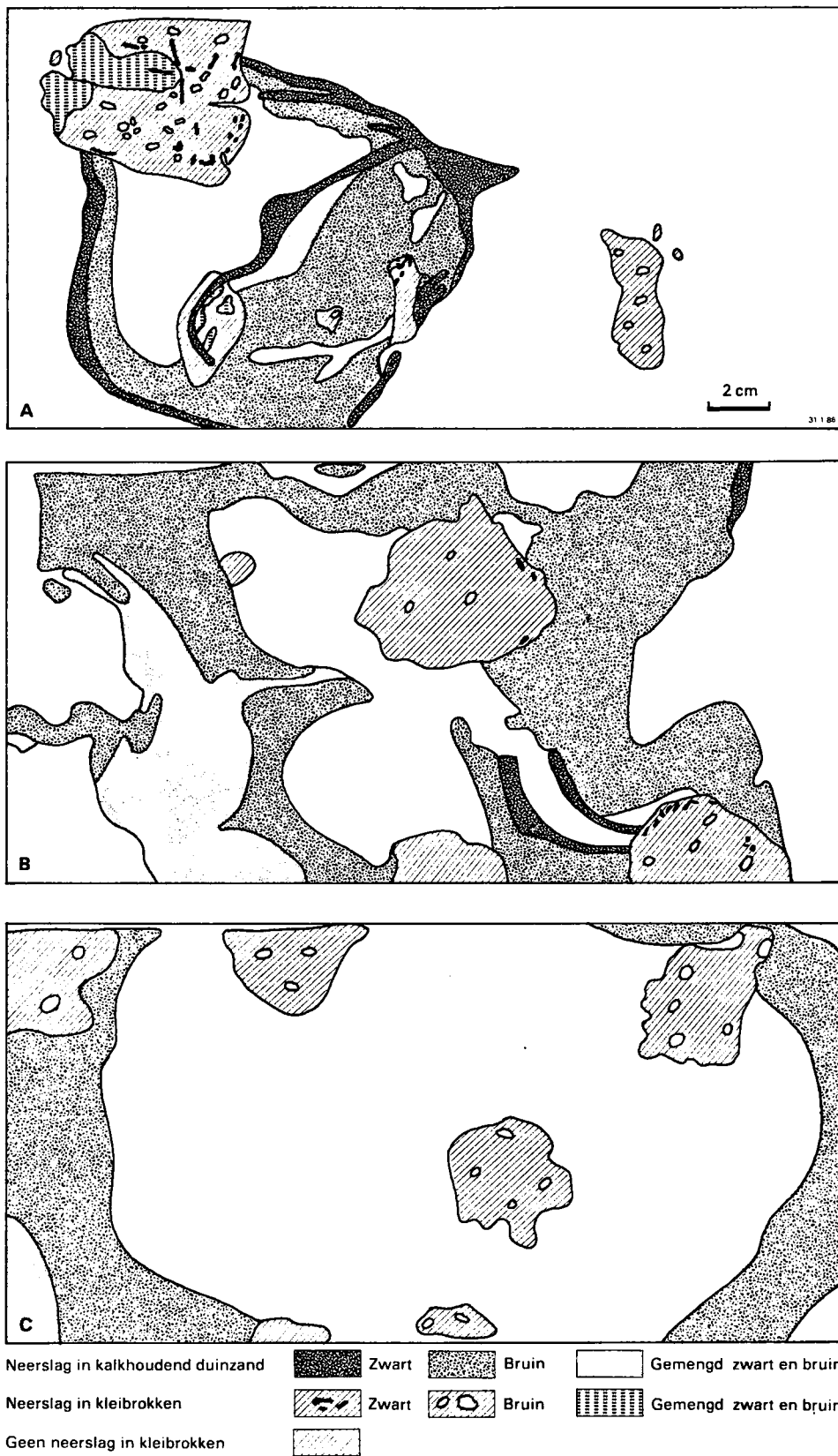


Fig. 5 Distributiepatronen van neerslagen in drie slijpplaten van Kolom 3 op 0-5 cm (A), 25-30 cm (B) en 50-55 cm (C) diepte. De kolom was met kalkhoudend duinzand en brokken klei gevuld.

zwarte neerslag ontbrak. Zware metalen werden dus vooral tot een diepte van 30 cm in de slijpplaten aangetroffen, maar waren ook nog aanwezig in het zwarte gedeelte van de gemengd zwart-bruine neerslag op een diepte van 50-55 cm.

De kleibrokken (fig. 5) zijn duidelijk in de slijpplaten herkenbaar. De in het kalkhoudend duinzand verlopende banden met neerslag werden gewoonlijk onderbroken als zij de brokken klei op hun weg aantroffen. Alleen als er een barstje op een contactzone in een kleibrok aanwezig was (fig. 5a), kon de neerslag ook hierin aangetroffen worden.

De meeste zwarte en bruine neerslag in de kleibrokken werd bovenin de kolom, op een diepte van 0-5 cm, aangetroffen en wel langs de wanden van barstjes en in poriën (gaatjes). Er was veel minder neerslag in de kleibrokken aanwezig op 25-30 cm en 50-55 cm diepte en vaak waren slechts vage vlekjes zichtbaar.

In de klei, die aan barstjes en poriën met neerslag grensde, was vaak dicht bij de wanden van deze holten nog met het blote oog herkenbare neerslag aanwezig. Verder van de wanden weg waren vaak lichtmicroscopie en tenslotte elektronenmicroscopie noodzakelijk om neerslag aan te tonen.

4.3 Hoeveelheden neerslag

De bepaling van de hoeveelheden neerslag in slijpplaten werd in stappen gedaan met behulp van tekeningen, lichtmicroscopie en beeldanalyse. Deze werkwijze was noodzakelijk omdat de met het blote oog waargenomen hoeveelheid neerslag (fig. 3-5) veel groter is dan de werkelijk aanwezige hoeveelheid. Aan de andere kant kunnen slijpplaten, die voor een nauwkeurige analyse van neerslaghoeveelheden en -typen noodzakelijk zijn, ook niet van ieder niveau in de drie kolommen gemaakt worden. Daarom werd voor de volgende werkwijze gekozen.

Door de RID werden tijdens het "slachten" van de kolommen foto's genomen van de neerslagen en overzichtstekeningen gemaakt van de plaats van de neerslag in de kolommen (Lagas en Loch 1981; fig. 7, p. 39). Op deze dwarsdoorsneden is de neerslag donker gekleurd en zijn de plekken zonder neerslag wit. Deze neerslag, nog in gereduceerde toestand, was nog in hoofdzaak zwart tot grijs gekleurd. Pas na oxidatie, tijdens het maken van de slijpplaten, werden de bruine kleuringen duidelijk zichtbaar.

Met de Quantimet 920 werd beeldanalyse verricht en vastgesteld dat de neerslag in de eerste kolom van de RID-figuur 42%, in de tweede 30% en in de derde kolom 50% van het totale oppervlak van de kolom in beslag nam. Deze waarden bleken echter veel te hoog. Lichtmicroscopische analyse gaf aan dat verreweg de meeste neerslag zich in de poriën van de grond bevond en dus niet, of in geringe mate, in de vaste bodembestanddelen hiervan. Ook kon aangetoond worden dat de poriën slechts gedeeltelijk opgevuld waren met neerslag.

Om de correcties uit te voeren, werden meetgegevens en tellingen gebruikt op basis van slijpplaten. De resultaten hiervan zijn in fig. 6-8 en tabel 2 en 3 gegeven. Hierbij is in fig. 6A, 7A en 8A aangegeven hoeveel neerslag aanwezig is als alle poriën geheel met neerslag opgevuld zijn. Hierbij werden de zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslagen nog aangegeven. In de andere onderdelen van deze drie figuren (B-F) is alle neerslag samen gevoegd en werden opvullingsklassen, met <10%, 10-30%, 30-60%, 60-90% en >90% neerslag in de poriën, onderscheiden. Tenslotte werd in tabel 2-3 aangegeven hoeveel zwarte en bruine neerslag in de poriën aanwezig was. De gemengd zwart-bruine neerslag werd hierbij opgesplitst in een zwart en een bruin gedeelte, dat bij de zwarte of bruine neerslag werd opgeteld.

De fijnverdeelde klei in kolom 2 maakte een extra correctiefactor noodzakelijk. In de zwarte en bruine neerslagen werd zij namelijk vaak gemaskeerd maar was wel aanwezig. Hiervoor werd

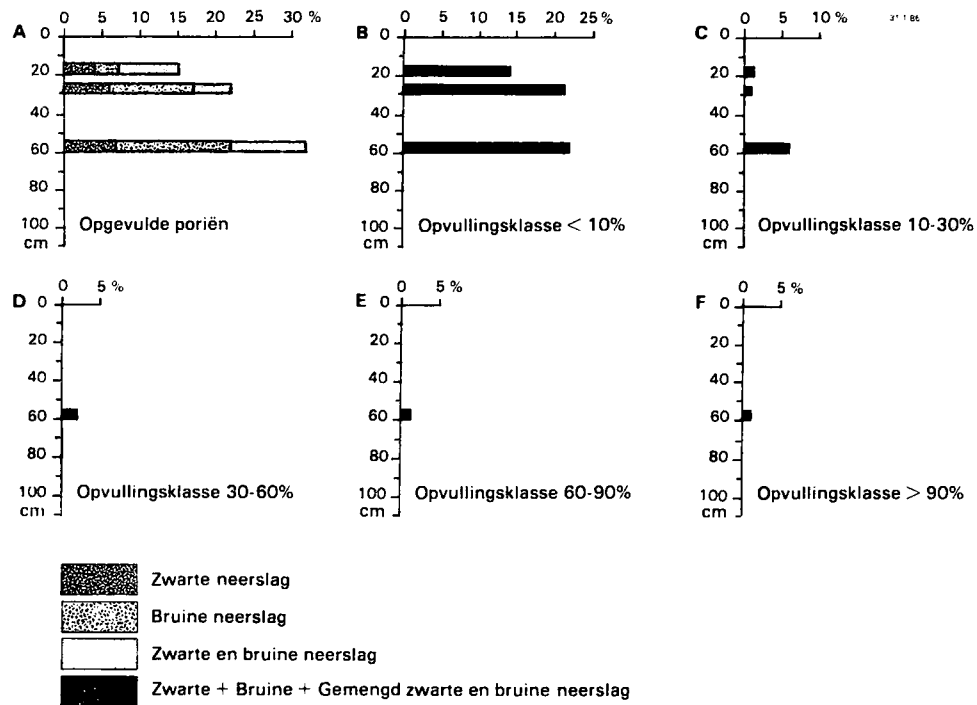


Fig. 6 Hoeveelheden neerslag in Kolom 1. Geheel met zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslag opgevulde poriën (A). Hierna zijn vijf opvullingsklassen aangegeven voor het totaal van de neerslagen, nl. < 10%, 10-30%, 30-60%, 60-90% en > 90% opvulling van de poriën (B-F).

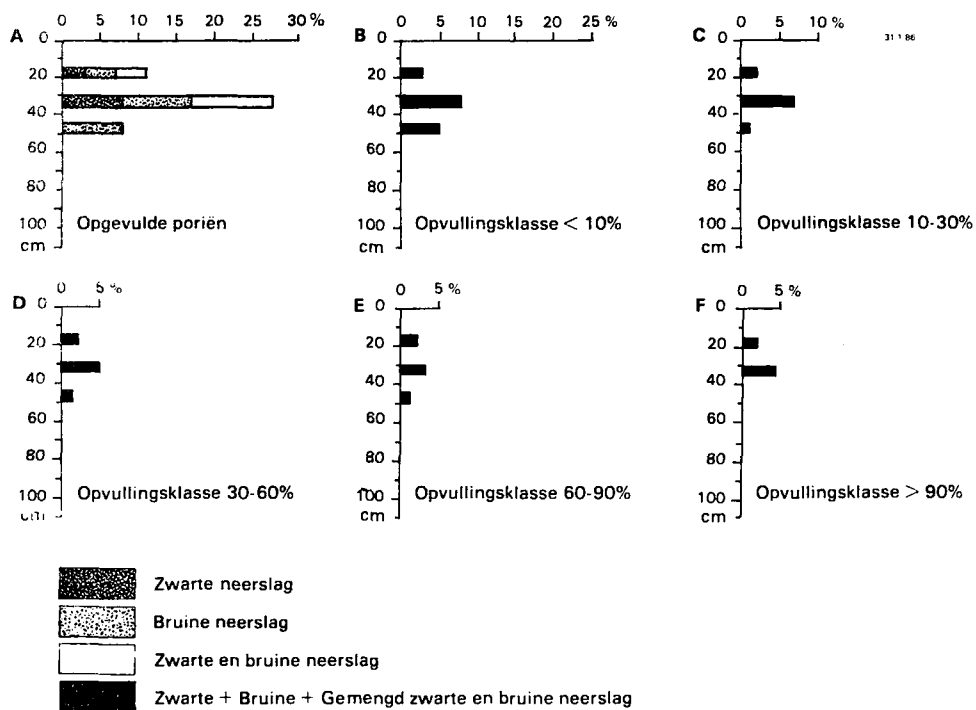


Fig. 7 Hoeveelheden neerslag in Kolom 2. Geheel met drie typen neerslagen opgevulde poriën (A) en opvullingsklassen (B-F) van de poriën.

gekeken naar gedeelten van slijpplaten waarin geen gekleurde neerslag voorkwam. De klei vormde niet continu zeer dunne huidjes om zandkorrels en was slechts zelden los van de oppervlakte van de zandkorrels in poriën aanwezig. Fijnverdeelde klei speelde nauwelijks een rol in de andere twee kolommen.

De neerslagen die in de vaste bestanddelen van de grond voorkwamen waren verwaarloosbaar vergeleken met de hoeveelheden neerslag in de poriën. Wel was neerslag aanwezig in kleibrokken van kolom 3, in spleetjes van zandkorrels (meestal kwarts) en gebonden aan kalkdeeltjes. Ook na tellingen bleek de hoeveelheid neerslag gering en er werd daarom geen verdere aandacht aan besteed in dit rapport.

Kolom 1

De hoeveelheid neerslag in de RID-figuur was 42%. Drie van de vijf slijpplaten in kolom 1 bevatten neerslag (fig. 6A). Als alle neerslagbevattende poriën van de drie slijpplaten geheel opgevuld waren zou dit 23% bedragen maar in werkelijkheid was dit 2,35% (fig. 6B-6F en tabel 2-3), of 0,97% voor de zwarte en 1,38% voor het gemiddelde van de bruine neerslagen.

Als de waarden, die voor de neerslagen in de slijpplaten gevonden werden, toegepast worden op die van de hele kolom dan wordt de 42% in de eerste plaats gereduceerd door het minerale deel er af te trekken. Dit werd op 60% gesteld omdat de porositeit van alle kolommen dicht bij de 40% lag volgens lichtmicroscopische-beeldanalysemetingen. Totaal opgevulde poriën zouden dan 16,80% van het oppervlak van de kolom beslaan. Volgens de in de slijpplaten gevonden waarden was 10,20% hiervan de werkelijke opvulling, of 1,71%. Hiervan zou 0,71% zwarte en 1,00% bruine neerslag zijn.

Kolom 2

De hoeveelheid neerslag van de RID-tekening was 30%. Drie van de vijf slijpplaten in kolom 2 bevatten neerslag (fig. 7A). De gemiddelde waarde voor totaal met neerslag opgevulde poriën in deze slijpplaten was 16%, maar de werkelijke gemiddelde opvulling van de poriën was 5,62% (fig. 7B-F en tabel 2-3) of 2,33% voor de zwarte en 3,28% voor de bruine neerslag. Deze percentages zijn te hoog, omdat de gekleurde neerslag vaak, vooral op de zandkorrels aanwezige klei, maskeert. Een geschatte waarde, gebaseerd op gedeelten van de slijpplaten zonder neerslag, is 2% klei wat de 5,62% op 3,62% brengt of gemiddeld 1,52% zwarte en 2,10% bruine neerslag in de drie slijpplaten.

Voor de hele kolom wordt, op basis van 40% porositeit, 12% neerslag aangetroffen bij totaal opgevulde poriën. Volgens de in de slijpplaten gevonden waarden was 22,60% hiervan de werkelijke opvulling, of 2,71%. Hiervan gaat 2% klei af en er blijft dan 0,71% neerslag over, waarvan 0,30% zwarte en 0,41% bruine.

Kolom 3

De hoeveelheid neerslag in de figuur van de RID was 50%. Drie van de vier slijpplaten in kolom 3 bevatten neerslag (fig. 8A). De gemiddelde waarde voor totaal met neerslag opgevulde poriën in deze slijpplaten was 11%, maar de werkelijke opvulling van de poriën 1,43% (fig. 8B-F en tabel 2-3) of 0,32% voor de zwarte en 1,11% voor de bruine neerslag.

Voor de hele kolom wordt, op basis van 40% porositeit, 20% neerslag aangetroffen bij totaal opgevulde poriën. Volgens de in de slijpplaten gevonden waarden was 13% hiervan de werkelijke opvulling, of 2,60%. Hiervan zou 0,58% zwarte en 2,02% bruine neerslag zijn.

Tabel 2 Zwarte neerslag (%) in de poriën van slijpplaten.

Kolom	Diepte (cm)	Opvullingsklasse					Totaal
		<10%	10-30%	30-60%	60-90%	>90%	
1	0- 5	-	-	-	-	-	-
	15- 20	0,42	0,12	-	-	-	0,54
	25- 30	0,41	0,08	-	-	-	0,49
	55- 60	0,42	0,46	0,34	0,29	0,36	1,87
	95-100	-	-	-	-	-	-
2	0- 5	-	-	-	-	-	-
	15-20	0,08	0,17	0,38	0,63	0,80	2,06
	30-35	0,19	0,77	1,08	1,08	1,82	4,94
	45-50	-	-	-	-	-	-
	80-85	-	-	-	-	-	-
3	0- 5	0,10	0,08	0,17	0,29	-	0,64
	25-30	0,10	0,03	0,06	0,11	-	0,30
	50-55	0,02	0,01	-	-	-	0,03
	80-85	-	-	-	-	-	-

Tabel 3 Bruine neerslag (%) in de poriën van slijpplaten.

Kolom	Diepte (cm)	Opvullingsklasse					Totaal
		<10%	10-30%	30-60%	60-90%	>90%	
1	0- 5	-	-	-	-	-	-
	15- 20	0,28	0,08	-	-	-	0,36
	25- 30	0,64	0,12	-	-	-	0,76
	55- 60	0,68	0,74	0,56	0,46	0,59	3,03
	95-100	-	-	-	-	-	-
2	0- 5	-	-	-	-	-	-
	15-20	0,12	0,23	0,52	0,87	1,10	2,84
	30-35	0,21	0,83	1,17	1,17	1,98	5,36
	45-50	0,25	0,20	0,45	0,75	-	1,65
	80-85	-	-	-	-	-	-
3	0- 5	0,15	0,12	0,28	0,46	-	1,01
	25-30	0,65	0,17	0,39	0,64	-	1,85
	50-55	0,28	0,19	-	-	-	0,47
	80-85	-	-	-	-	-	-

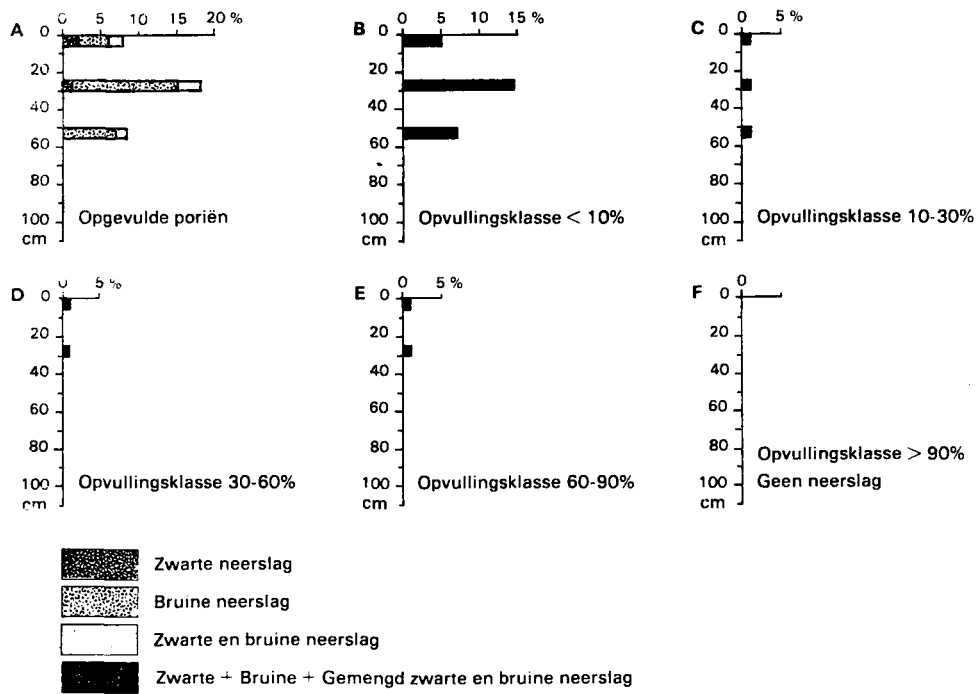


Fig. 8 Hoeveelheden neerslag in Kolom 3. Geheel met neerslag opgevulde poriën (A) en opvullingsklassen (B-F) van de poriën.

5 SAMENVATTING EN CONCLUSIES

Drie typen neerslagen, nl. zwarte, bruine en gemengd zwart-bruine neerslag, werden aangetoond in slijpplaten uit drie proefkolommen van het RID en bestudeerd met de lichtmicroscop, beeldanalyseapparatuur en elektronenmicroscopie. De monsters waren afkomstig uit kolommen waarin het percolaat wel zware metalen maar geen vetzuren bevatte, overeenkomstig de laatste of methanogene fase die in een vuilstort kan optreden. In de vuilstort van Ambt-Delden was deze fase echter nog niet bereikt, maar wel de voorlaatste fase of verzuringsfase waarin nog vetzuren aanwezig waren. Een ander punt was, dat onder de proefomstandigheden een verzadigde stroming in stand werd gehouden, terwijl onder een vuilstort zelf gewoonlijk een onverzadigde stroming optreedt.

Uit elektronenmicroscopische microchemische analyses bleek dat de meeste zware metalen (Cu, Zn, Ni en Pb) in de zwarte neerslag voorkwamen en veel minder in de bruine die hoofdzakelijk uit ijzerhydroxide bestond. Verbindingen van zware metalen met zwavel tot sulfiden, nl. PbS, CuS, NiS en ZnS kwamen voor, maar ook FeS. Chloor kon zich met lood verbinden tot PbCl_2 . Met röntgendiffractie van poederpreparaten waren door Breeuwsma en Balkema (1981) FeS en PbS aangetoond. Dit betekent dat het slijpplaatonderzoek een aantal verbindingen kon toevoegen. Andere punten waren, dat de neerslag in hoofdzaak amorf was en dat naast bovengenoemde chemische elementen nog magnesium, aluminium, silicium, calcium en kalium werden aangetoond. De neerslag was vaak heterogeen van samenstelling waarbij niet alleen concentratieverschillen maar ook andere verbindingen in één huidje op een zandkorrel optraden. De conclusie is gerechtvaardigd dat de microchemische analyse van de neerslagen wel een beter inzicht heeft gegeven in de samenstelling en soort van kristallijne en amorse stoffen, die in de bodem onder een vuilstort kunnen optreden, maar tevens aantoonde dat deze verbindingen zo complex kunnen zijn dat voortgaand interdisciplinair onderzoek nodig is.

De neerslagen, die in de drie kolommen onder verzadigde omstandigheden optraden, zijn in fig. 3-5 afgebeeld en afkomstig van slijpplaten. De tekeningen geven duidelijk aan dat er verschillen in de patronen bestaan en dat de meeste smalle banden met neerslag in kolom 1 (kalkhoudend duinzand) optraden. In kolom 2 (kalkhoudend duinzand met fijnverdeelde klei) zijn de gebieden met neerslag aanwezig in onregelmatig verlopende banden, terwijl in kolom 3 (kalkhoudend duinzand met kleibrokken) dunne banden bovenin en brede onderin de kolom voorkwamen.

De hoeveelheid neerslag die in de slijpplaten gemeten werd was het grootst in kolom 2 met 3,62%, gevolgd door kolom 1 met 2,35% en kolom 3 met 1,43% (fig. 6-8 en tabel 2 en 3). Voor de hele kolom lagen deze waarden anders, namelijk 2,6% voor kolom 3, 1,71% voor kolom 1 en 0,71% voor kolom 2.

Hierbij valt op dat in de slijpplaten het hoogste percentage neerslag in kolom 2 aanwezig is maar, omdat het percentage voor de hele kolom laag was, het laagste percentage voor de hele kolom. Het omgekeerde was het geval voor kolom 3. De fijnverdeelde klei in het kalkhoudende duinzand van kolom 2 zorgde voor een meer evenwichtige verdeling van de neerslag over alle opvullingsklassen dan in de andere twee kolommen. De poriën waren dus weinig tot veel opgevuld, terwijl in kolom 1 en 3 meestal een geringere opvulling van de poriën met neerslag optrad. Een ander effect van de aanwezigheid van klei in kolom 2 was, dat de neerslag zich hoofdzakelijk in het middelste gedeelte van de kolom afzette, terwijl dit in kolom 1 en 3 ook boven en beneden dit gedeelte van de kolom gebeurde.

De zwarte neerslag, waarin de meeste zware metalen voorkwamen, was het meest in de slijpplaten van kolom 2 aanwezig met 1,52%, gevolgd door kolom 1 met 0,97% en kolom 3 met 0,32%. Voor de hele kolommen waren deze waarden voor kolom 1 0,71%, kolom 3 0,58% en kolom 2 0,30%. In het middengedeelte van kolom 2 werd dus de meeste zwarte neerslag in de slijpplaten aangetroffen, terwijl kolom 1 het hoogste percentage zwarte neerslag voor een hele kolom bezat.

De slotconclusie kan zijn dat het maken van slijpplaten, gevolgd door de bestudering hiervan met de lichtmicroscoop, apparatuur voor beeldanalyse en de elektronenmicroscoop, van nut kan zijn voor het oplossen van onderzoeksvragen met betrekking tot milieuverontreiniging. Een voorwaarde is wel dat er neerslag van stoffen in de bodem moet hebben plaatsgevonden. Als dit het geval is, kan, ook op microscopische schaal, reeds heel weinig neerslag vaak significante informatie geven. Deze informatie kan op haar beurt weer geïntegreerd worden in die van andere disciplines zoals de chemie en de hydrologie.

LITERATUUR

- Bisdom, E.B.A., Heintzberger, G. and Lagas, P., 1981. SEM-EDXRA measurements on thin sections of heavy metal contaminated soil samples from column experiments. In: W. Van Duijvenbooden, P. Glasbergen and H. van Lelyveld (Editors), Quality of Groundwater. Proceedings of an International Symposium, Noordwijkerhout, 1981. Amsterdam, Elsevier. Studies in Environmental Science. Vol. 17. pp. 489-493.
- Bisdom, E.B.A., Boekestein, A., Curmi, P., Lagas, P., Letsch, A.C., Loch, J.P.G., Nauta, R. and Wells, C.B., 1983a. "Submicroscopy and chemistry of heavy-metal-contaminated precipitates from column experiments simulating conditions in a soil beneath a landfill". *Geoderma*, 30: 1-20.
- Bisdom, E.B.A., Henstra, S., Werner, H.W., Boudewijn, P.R., Knippenberg, W.F., Grefte, H.A.M. de, Gourgout, J.M. and Migeon, H.N., 1983b. "Quantitative analysis of trace and major elements in thin sections of soils with the secondary ion microscope (Cameca)". *Geoderma*, 30: 117-134.
- Breeuwsma, A. en Balkema, W., 1981. Mineralogisch onderzoek naar de precipitatie van zware metalen in percolatieproeven met vuilstortwater. Wageningen, STIBOKA. Rapport nr. 1593. 23 pp.
- Hoeks, J., 1978. Biochemische afbraakprocessen bij composteren en storten van vaste afvalstoffen. Wageningen. ICW-Nota 1103, 15 pp.
- Jongerius, A., and Heintzberger, G., 1975. Methods in soil micromorphology. A technique for the preparation of large thin sections. Wageningen, Netherlands Soil Survey Institute. Soil Surv. Pap., 10, 48 pp.
- Lagas, P. en Loch, J.P.G., 1981. Kolomonderzoek naar het gedrag van zware metalen in de bodem. Bodembescherming 5.

Leidschendam, National Institute for Water Supply. RID-Mededeling, 81-2, 96 pp.

Schoonderbeek, D. en Kooistra, M.J., 1984. Werkwijze en gebruik van beeldanalyseapparatuur (Quantimet 720) bij de Stichting voor Bodemkartering. Wageningen, STIBOKA. Rapport nr. 1794. 42 pp.

