# Bodemenergie Circulair 2050

Onderzoek naar materiaaldegradatie van open bodemenergiesystemen (OBES)

TNO Intern ⟩ TNO 2025 R12125
7 oktober 2025

Energy & Materials Transition
www.tno.nl
+31 88 866 42 56
info@tno.nl

TNO 2025 R12125 – 7 oktober 2025

# Bodemenergie Circulair 2050

## Onderzoek naar materiaaldegradatie van open bodemenergiesystemen (OBES)

| | |
|---|---|
| Auteurs | P. Verjans, E.M. Höppener |
| Rubricering rapport | TNO Intern |
| Titel | TNO Intern |
| Rapporttekst | TNO Intern |
| Aantal pagina's | 43 (excl. voor- en achterblad) |
| Aantal bijlagen | 0 |
| Projectnaam | Bodemenergie Circulair |
| Projectnummer | 060.63009 |

**Alle rechten voorbehouden**
Niets uit deze uitgave mag worden verveelvoudigd en/of openbaar gemaakt door middel van druk, fotokopie, microfilm of op welke andere wijze dan ook zonder voorafgaande schriftelijke toestemming van TNO.

© 2025 TNO

# Inhoudsopgave

Samenvatting ..... 4
1 Inleiding ..... 6
2 Methode en Technieken ..... 7
2.1 Analyse technieken ..... 7
2.2 Monsters ..... 9
3 Werkwijze ..... 10
3.1 Monster voorbewerking ..... 10
3.2 Analyses ..... 10
4 Resultaten en discussie ..... 13
4.1 Stereo microscopie observaties ..... 13
4.2 µ-FTIR analyse ..... 14
4.3 SEM-EDX analyse ..... 17
5 Conclusies en outlook ..... 20
6 Ondertekening ..... 22
7 Referenties ..... 23
8 Appendix ..... 24
8.1 Stereo microscopie afbeeldingen ..... 24
8.2 µ-FTIR spectrum ..... 26
8.3 Stereo microscopie SEM voorbereidingen ..... 32
8.4 SEM afbeeldingen ..... 34
8.5 Gemiddelde elementensamenstelling ..... 41

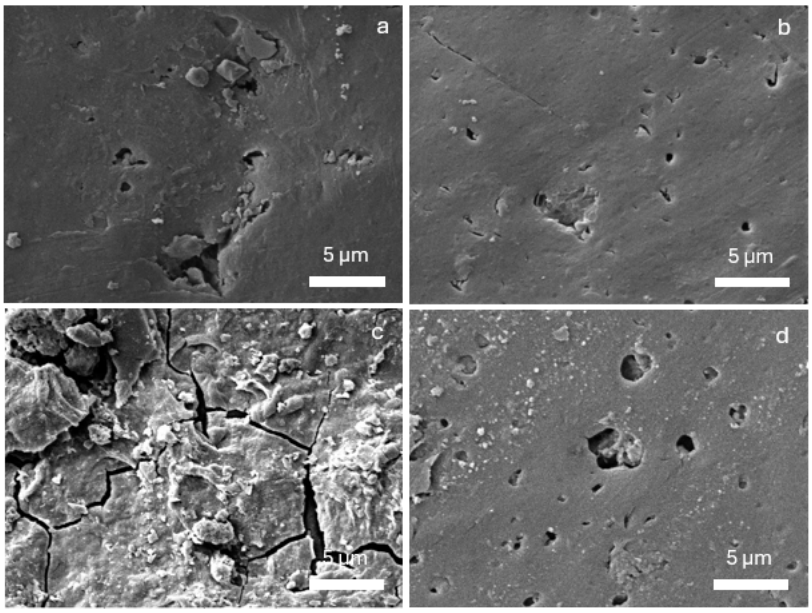
# Samenvatting

In het kader van het TKI-project Bodemenergie Circulair fase 2A heeft TNO onderzoek gedaan naar de chemische samenstelling van materialen in open bodemenergiesystemen (OBES), dit betreft specifiek een Polyvinyl Chloride (PVC) buis. Hiervoor is gebruik gemaakt van monsters van een nieuwe PVC buis en van drie delen van een buis die gedurende twintig jaar ondergronds in gebruik is geweest. Het doel van dit onderzoek was om inzicht te krijgen over eventuele materiaaldegradatie van huidige bodemenergiesystemen.

Voor de analyse van de monsters zijn drie complementaire technieken toegepast: stereo microscopie, micro-Fourier Transformatie Infraroodspectroscopie (µ-FTIR) en Scanning Elektronenmicroscopie met een Energy Dispersive X-ray detector (SEM-EDX), waarbij zowel de binnen- als buitenzijde van de monsters zijn onderzocht. Stereo microscopie werd toegepast om een eerste visuele indruk te krijgen van oppervlakte tekenen van veroudering op de buizen. Deze techniek biedt een driedimensionaal beeld bij lage vergroting en maakt het mogelijk om oppervlakkige schade zoals krasjes, putjes en verkleuringen te detecteren. µ-FTIR is een techniek die chemische veranderingen op microschaal kan detecteren, zoals het meten van oxidatie producten die wijzen op veroudering. Als laatste techniek werd SEM-EDX ingezet om de morfologie en elementsamenstelling van de monsters te analyseren. SEM biedt gedetailleerde beelden van het oppervlak, waarbij EDX inzicht verleent in de aanwezige elementen en hun verdeling.

Met stereo microscopie analyse werd waargenomen dat de nieuwe buis een heldere blauwe kleur had, in contrast met de doffere uitstraling van de oude monsters. Daarnaast werd er bij de binnenkant van het monster ‘OBES oud midden’ een bruine aanslag waargenomen. Met de SEM werd een vergelijkbare morfologie waargenomen voor de nieuwe en oude monsters wat suggereert dat er geen significante mechanische degradatie heeft plaatsgevonden. Bij enkele metingen zijn tekenen van chemische veroudering waargenomen, waaronder een verhoogde carbonylindex gemeten met µ-FTIR bij de oude buis, specifiek bij de monsters ‘OBES oud boven (buitenkant)’ en ‘OBES oud midden (binnenkant)’. De elementsamenstelling bleef grotendeels consistent, met uitzondering van één van de oude monsters, waar verhoogde zuurstof- en ijzergehaltes zijn gemeten. Lijnscan analyses gemeten met SEM-EDX van de 4 monsters liet zien dat de intensiteit van de elementen koolstof (C), zuurstof (O) en chloor (Cl) consistent zijn over de dikte van de buis. Deze bevindingen wijzen op een beperkte mate van chemische veroudering.

Hoewel de resultaten van dit onderzoek wijzen op een beperkte mate van chemische veroudering, is een betrouwbare vergelijking tussen het nieuwe en de oude monsters complex. Zo kunnen er verschillen bestaan in molecuulgewicht, samenstelling van additieven en het extrusie proces waarmee de twee buizen zijn gemaakt. Deze variabelen maken het lastig om de gemeten verschillen eenduidig toe te schrijven aan veroudering. Daarom kan op basis van deze metingen onvoldoende gezegd worden over de daadwerkelijke degradatie van het systeem. Om dit beter te kunnen beoordelen, zouden aanvullende testen nodig zijn op meerdere systemen van verschillende leeftijden en herkomst eventueel aangevuld met mechanische testen zoals een slow crack growth analyse.




Scanning elektronen microscopie plaatjes van de 4 monsters (binnenkant monster). De plaatjes zijn alle 4 opgenomen in SE 10kx 5kV met a: OBES nieuw, b: OBES oud boven, c: OBES oud midden, en d: OBES oud beneden.

# 1 Inleiding

De aanleiding voor dit onderzoek is de toenemende noodzaak om infrastructuur en energiesystemen duurzamer en circulair te maken. Open bodemenergiesystemen (OBES) zijn essentieel in de energietransitie, maar over de levensduur en circulariteit van de vaste ondergrondse materialen is nog weinig bekend. Meer kennis hierover maakt het mogelijk om gerichte aanbevelingen te doen voor ontwerp, materiaalkeuze en onderhoud, met als doel de levensduur te verlengen en circulariteit te verbeteren. In het kader van het TKI-project Bodemenergie Circulair (fase 2A) doet TNO daarom dit onderzoek naar de circulariteit en verwachte levensduur van de vaste ondergrondse delen van OBES.

In 2006 heeft TNO in opdracht van *o.a.* Kiwa en Dyka uitgebreid onderzoek gedaan naar de levensduurverwachting van bestaande PVC-waterleidingen[1]. In dat onderzoek werden diverse degradatieprocessen onderzocht en is een methode ontwikkeld om de verwachte levensduur van leidingen te beoordelen. Wegens beperkte beschikbaarheid van materialen van gebruikte bodemenergiesystemen en de intensieve tijdsbesteding nodig voor het toepassen van deze methode is er voor dit onderzoek gekozen voor een exploratieve aanpak met als doel inzicht te krijgen in de chemische samenstelling en degradatie van een PVC-buis uit een OBES. Hiervoor is gebruik gemaakt van drie complementaire analysetechnieken: stereo microscopie, micro-FTIR en SEM-EDX. Deze complementaire technieken zijn toegepast op zowel een nieuwe buis als drie segmenten van een buis die twintig jaar ondergronds in gebruik is geweest. De toegepaste analysetechnieken bieden gezamenlijk inzicht in visuele verouderingskenmerken, chemische veranderingen en de morfologie en elementsamenstelling van het materiaal.

De resultaten uit het TNO-rapport uit 2006 dienen als referentiepunt voor de testen die in dit onderzoek worden uitgevoerd. De inzichten t.a.v. materiaal degradatie zijn de basis voor aanbevelingen voor levensduurbepaling en ontwerpprincipes voor toekomstige bodemenergiesystemen.

[1] TNO-onderzoek: Levensduurverwachting van bestaande PVC leidingen

# 2 Methode en Technieken

## 2.1 Analyse technieken

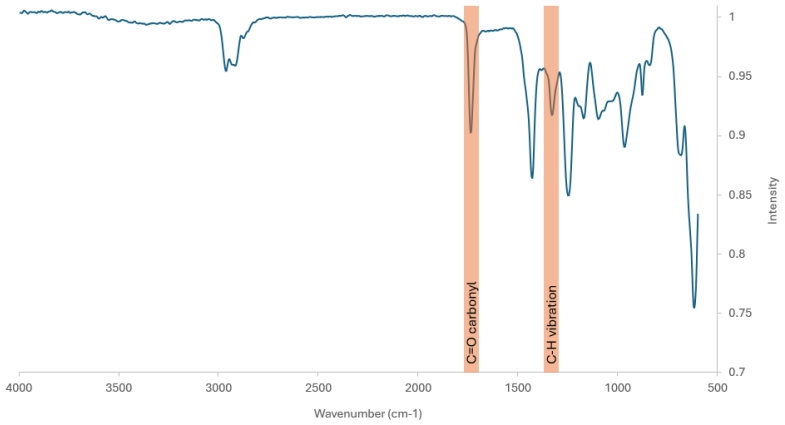
### 2.1.1 Stereo microscopie

Een eerste stap in het beoordelen van de veroudering van buismaterialen in bodemenergiesystemen is de visuele inspectie van het oppervlak. Stereo microscopie biedt hiervoor een laagdrempelige en effectieve analysemethode. Door stereo microscopie toe te passen op gebruikte buizen kunnen vroege tekenen van degradatie zoals haarscheurtjes, verkleuringen, afzettingen en oppervlaktevervuiling worden geïdentificeerd. Deze visuele kenmerken geven een eerste indruk van de fysieke veroudering en kunnen aanwijzingen geven voor onderliggende chemische processen, die vervolgens met andere complementaire technieken verder onderzocht kunnen worden.

### 2.1.2 Micro - Fourier Transformatie Infraroodspectroscopie (µ-FTIR)

Micro – Fourier Transformatie Infraroodspectroscopie (µ-FTIR) maakt gebruik van microscopie in combinatie met de spectroscopische kracht van FTIR. In tegenstelling tot traditionele FTIR, die bulkmonsters analyseert, maakt µ-FTIR het mogelijk om met hoge resolutie zeer kleine of gelokaliseerde gebieden op een monster te onderzoeken. Dit is bijzonder waardevol bij het analyseren van verouderingsverschijnselen aan het oppervlak van leidingen.

De techniek berust op de absorptie van infraroodstraling door specifieke chemische bindingen in het materiaal. Door het gegenereerde spectrum kunnen veranderingen in de moleculaire structuur worden gedetecteerd, zoals de vorming van nieuwe functionele groepen die ontstaan door oxidatie of andere degradatiemechanismen. Voor PVC, een veelgebruikt materiaal in bodemenergiesystemen, zijn karakteristieke pieken zoals die van carbonylgroepen (C=O), hydroxylgroepen (O-H) en C=C-bindingen indicatief voor veroudering. (Walfridson & Kuttainen Thyni, 2022) Ook veranderingen in de intensiteit van de C-Cl stretch vibratie kunnen wijzen op dehydrochlorinatie. Een voorbeeldspectrum van PVC is weergegeven in Figuur 1.




Figuur 1 FTIR spectrum van PVC met de functionele groepen C=O carbonyl en C-H vibratie weergegeven.
Een kwantitatieve maat voor degradatie wordt verkregen via de carbonylindex (CI), waarbij de oppervlakte onder de carbonylpiek wordt vergeleken met een stabiele referentiepiek. Deze index biedt een gestandaardiseerde manier om de mate van veroudering tussen verschillende monsters te vergelijken.

Door µ-FTIR toe te passen op buismaterialen uit bodemenergiesystemen, verkrijgen we inzicht in de chemische veroudering van het polymeermateriaal gebruikt in bodemenergiesystemen.

### 2.1.3 Scanning Elekronen Microscoop - Energy Dispersive X-ray spectroscopie (SEM-EDX)

Om de veroudering van buismaterialen in bodemenergiesystemen te analyseren, is het van belang om niet alleen de chemische samenstelling maar ook de microstructuur van het oppervlak te onderzoeken. De Scanning Elektronenmicroscoop (SEM), gecombineerd met Energy Dispersive X-ray Spectroscopie (EDX), biedt hiervoor een krachtige analysemethode.

SEM maakt gebruik van een elektronenbundel die op het oppervlak van een monster wordt gericht. Door de interactie tussen de elektronen en het materiaal ontstaat een gedetailleerd beeld van de topografie en morfologie van het oppervlak. Dit geeft inzicht in kenmerken zoals ruwheid, scheurvorming, afzettingen en andere structurele veranderingen die kunnen wijzen op degradatie.

Naast beeldvorming maakt SEM het mogelijk om via EDX de elementaire samenstelling van het oppervlak te bepalen. Wanneer elektronen uit de binnenste schil van een atoom worden uitgestoten en vervangen door elektronen uit een hogere schil, worden karakteristieke röntgenstralen uitgezonden. Deze straling wordt door de EDX-detector gemeten en vertaald naar een elementenanalyse. Zo kunnen bijvoorbeeld sporen van oxidatie, verontreiniging of materiaalverlies worden vastgesteld.

Door SEM-EDX toe te passen op buismaterialen uit bodemenergiesystemen verkrijgen we cruciale informatie over zowel de fysieke als chemische degradatie. Deze inzichten ondersteunen het beoordelen van de materiaalintegriteit van bodemenergiesystemen.

## 2.2 Monsters

In maart 2025 zijn van Haitjema een tweetal monsters ontvangen door TNO voor onderzoek: een nieuwe PVC OBES buis en een gebruikte PVC OBES buis die 20 jaar ondergronds in gebruik is geweest. Van de oude buis zijn drie monsters genomen: 'OBES-oud-boven' (een ondiep stukje buis), 'OBES-oud-midden' (een stukje buis halverwege de lengte van de buis) en 'OBES-oud-beneden' (het onderste stukje van de buis). De gebruikte OBES buis is in februari 2025 uit de grond gehaald. Een foto van de aangeleverde monsters is weergegeven in Figuur 2. Een overzicht van de aangeleverde monsters is in Tabel 1 weergegeven.

Figuur 1: De aangeleverde monsters van Haitjema met van links naar rechts; het onderste deel van een 20 jaar gebruikt PVC OBES systeem, het midden deel, het bovenste deel en een nieuw PVC OBES systeem.

Tabel 1: Overzicht van aangeleverde monsters.

| TNO Codering | Code in rapportage | Omschrijving |
|---|---|---|
| **Monster 1** | **OBES nieuw** | **OBES nieuwe PVC buis** |
| **Monster 2** | **OBES oud boven** | **OBES 20 jaar oude PVC buis bovenste deel** |
| **Monster 3** | **OBES oud midden** | **OBES 20 jaar oude PVC buis middelste deel** |
| **Monster 4** | **OBES oud beneden** | **OBES 20 jaar oude PVC buis onderste deel** |

# 3 Werkwijze

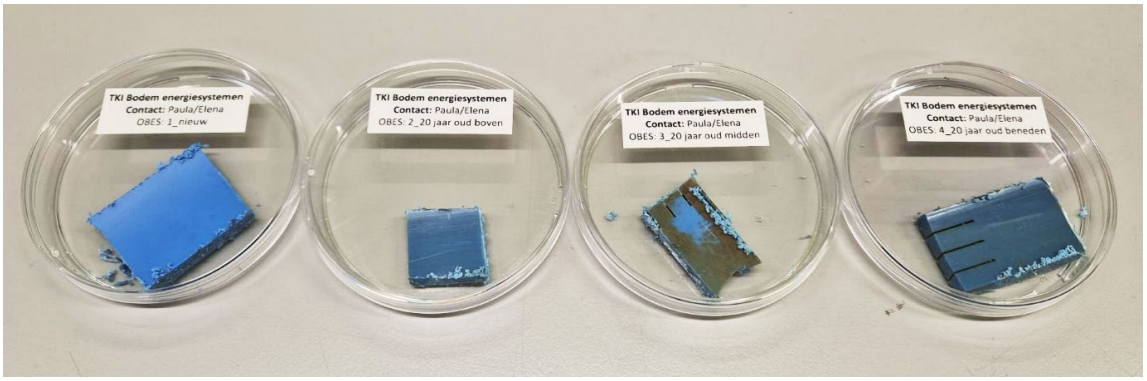
## 3.1 Monster voorbewerking

### 3.1.1 Algemene werkwijze

Tijdens het uitvoeren van de voorbewerkingsstappen en de analyses werd een katoenen labjas met nitrilhandschoenen gedragen. Lab contaminatie werd geminimaliseerd door de monsters te bewaren in petrischalen en zo veel mogelijk afgedekt te houden.

### 3.1.2 Voorbereiden monsters voor analyse

Uit de 4 monsters (OBES nieuw, OBES oud boven, OBES oud midden en OBES oud beneden) werd een stukje sample gezaagd. In Figuur 3 zijn de sub monsters weergegeven. De monsters werden geanalyseerd aan de binnenkant en buitenkant met de stereo microscoop (3.2.1), µ-FTIR (3.2.2) en SEM-EDX (3.2.3).




Figuur 2: Van links naar rechts; monster van een nieuw OBES systeem, het bovenste deel van een gebruikt OBES systeem, het midden deel van een gebruikt OBES systeem en het onderste deel van een gebruikt OBES systeem.

## 3.2 Analyses

### 3.2.1 Stereo

Stereo-opnamen van de monsters werden genomen met behulp van een Olympus SZX 10 stereomicroscoop uitgerust met een OLYMPUS DP73 camera. Van elk monster is een foto gemaakt onder 0.63x en 1.6x vergroting, dit is gedaan voor de binnenkant en buitenkant van de buis om de buizen te controleren op tekenen van veroudering.

## 3.2.2 µ-FTIR

µ-FTIR spectra werden opgenomen met behulp van een Bruker Lumos II met Attenuated Total Reflectance (ATR) en de Liquid Nitrogen cooled Mercury Cadmium Telluride (LN-MCT) detector. Voor de 4 monsters is een ATR-IR spectrum opgenomen aan de binnenkant en buitenkant om te controleren op tekenen van chemische veroudering. Voor de analyse werden de monsters direct op een stub geplaatst zoals weergegeven in Figuur 3 en vervolgens geanalyseerd. De OPUS software is gebruikt voor de data verwerking van de spectra. De spectrale verwerkingen met de OPUS software zijn baseline correctie, atmosferische correctie en normalisatie van de spectra doormiddel van de min-max normalisatie functie.

### 3.2.2.1 Karakteristieke µ-FTIR pieken

De karakteristieke infrarood pieken voor PVC zijn:

**2970-2910 $cm^{-1}$:** Deze pieken zijn gerelateerd aan de asymmetrische en symmetrische C-H strekking van de -$CH_2$- en -CH-groepen in de polymeerketen.

**1425 $cm^{-1}$:** Dit is een belangrijke piek voor de $CH_2$-buigvibratie.

**1330-1250 $cm^{-1}$:** Deze pieken zijn toe te schrijven aan de C-H buigvibratie.

**960-955 $cm^{-1}$:** Een piek die vaak wordt gebruikt en die duidt op de CH- deformatie.

**690-610 $cm^{-1}$:** Dit is een zeer karakteristieke en vaak gebruikte piek voor PVC. Deze absorptiebanden worden veroorzaakt door de C-Cl stretch vibratie. Vanwege de zwakke absorptie van andere functionele groepen in PVC, is deze piek een van de meest betrouwbare voor de identificatie van het polymeer.

### 3.2.2.2 Bepaling carbonyl-index m.b.v. FTIR

De mate van degradatie van polymeren, zoals PVC, kan worden bepaald door de carbonylindex (CI) te berekenen met FTIR spectroscopie. De CI wordt bepaalt door het vergelijken van de piek van de carbonylgroep met een piek die niet verandert tijdens degradatie, zie . De gebruikte pieken zijn de carbonylpiek (1770-1700 $cm^{-1}$) en de C-H band referentiepiek (1370-1290 $cm^{-1}$). Voor het berekenen van de CI moeten de pieken gemeten zijn in absorptie en moet de oppervlakte van de pieken bepaald worden, dit werd gedaan met behulp van de OPUS software met de functie integratie (Almond et al., 2020; Walfridson & Kuttainen Thyni, 2022).

Formule 1: $Carbonylindex\ (CI) = \frac{Oppervlakte\ onder\ de\ carbonylpiek}{Oppervlakte\ onder\ de\ referentiepiek}$

## 3.2.3 SEM-EDX

Monsters voor de SEM werden geprepareerd door een dun stukje af te snijden met een scheermesje van de binnenkant & buitenkant van de 4 monsters. Op elk deeltje is met behulp van een pincet een stukje van de bovenste laag (contaminatie) weggehaald om hierop de C/O verhouding van het plastic te kunnen bepalen. De geprepareerde deeltjes zijn weergegeven in de appendix (zie Figuur A7). De geprepareerde deeltjes zijn opgedampt met de Goud (Au) opdamper EMITECH K550X om de deeltjes geleidend te maken voorafgaand aan de analyse.

De SEM-EDX analyses zijn uitgevoerd met behulp van een Tescan MAIA III scanning elektronen microscoop en een Bruker Quantax XFlash6130 30 $mm^2$ energie dispersieve Röntgen microanalyse detector, gebruik makend van een versnelspanning van 5 kV voor het bepalen van de C/O verhouding en een versnelspanning van 15 kV voor het bepalen van de gemiddelde elementsamenstelling. De SEM beelden zijn opgenomen met behulp van een secundaire elektronendetector (SE) en backscattered elektronendetector (BSE; atoomnummer contrast) modus. Voor het onderzoek naar de aanwezigheid van fysische oneffenheden, scheurtjes en deukjes zijn de monsters handmatig onderzocht met de elektronenmicroscoop.
De gemiddelde elementsamenstelling is bepaald voor de binnenkant en buitenkant van de 4 monsters. Op het schoongemaakte deel is de gemiddelde elementsamenstelling bepaald met een versnelspanning van 5kV om specifiek de C/O verhouding te bepalen. Op een niet geschraapt stukje van de samples is de gemiddelde elementsamenstelling bepaald met een versnelspanning van 15kV.
De opgenomen spectra zijn gekwantificeerd middels Bruker Esprit software (versie 2.2) en zijn gecorrigeerd voor de aanwezigheid van Au, aangezien er met Au is opgedampt. Er dient hierbij opgemerkt te worden dat deze data semi kwantitatief is omdat er geen gebruik is gemaakt van standaarden. Elementen die aanwezig waren in gehaltes kleiner dan 0.5 gewichtsprocent zijn gerapporteerd als <0.5.

Van de doorsnede van de 4 monsters is een lijnscan gemaakt aan de binnen- en buitenzijde van de doorsnede met een versnelspanning van 5kV bij een vergroting van 175x. De opname tijd van de lijnscan was vijf minuten.

# 4 Resultaten en discussie

## 4.1 Stereo microscopie observaties

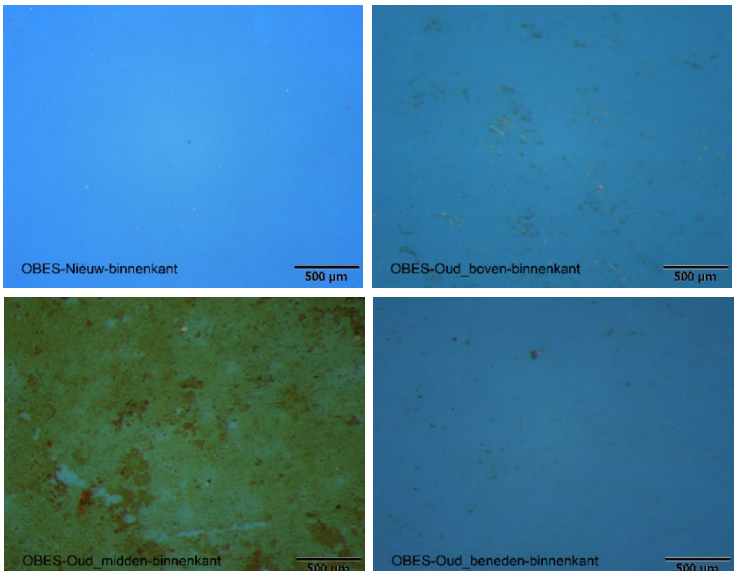
De stereo microscopie-opnames van vier onderzochte buismonsters zijn weergegeven in en tonen een representatief beeld van de visuele conditie van de materialen. Aanvullende opnames zijn opgenomen in de appendix (Figuur A8).

Het nieuwe OBES-monster vertoont een heldere blauwe kleur, duidelijk afwijkend van de drie oudere monsters ("OBES oud boven", "midden" en "beneden"). Dit kleurverschil is te verklaren doordat het nieuwe monster nog niet in de grond is geplaatst en relatief schoon is gebleven. Bij de oudere monsters werden met stereo microscopie diverse oppervlaktedefecten waargenomen, zoals krasjes en putjes aan zowel de binnen- als buitenzijde van de buis. Bij het nieuwe OBES-monster werden enkel aan de buitenzijde beschadigingen vastgesteld. Deze schade is vermoedelijk ontstaan tussen het productieproces en het moment van overdracht aan TNO bij Haitjema door menselijke handelingen.

Op het monster "OBES oud midden" werd aan de binnenzijde een bruine aanslag waargenomen, met name rond de smalle gleuven van circa 600 µm die dienen voor wateropname en -infiltratie in OBES-systemen. De oorsprong van deze aanslag kan divers zijn:

- **Oxidatie van ijzerhoudend water**: Bij contact met zuurstof kan ijzer oxideren tot ijzeroxide (roest), wat zich als bruine aanslag manifesteert.
- **Microbiële activiteit**: Micro-organismen uit de bodem kunnen via de gleuven de buis binnendringen en stoffen produceren die tot verkleuring leiden.
- **Afzetting van organisch materiaal**: Organische stoffen uit de bodem kunnen zich hechten aan het oppervlak van de buis.

Om de exacte samenstelling van deze aanslag te achterhalen, is aanvullend SEM-EDX onderzoek uitgevoerd om de elementaire samenstelling van de afzetting te bepalen.



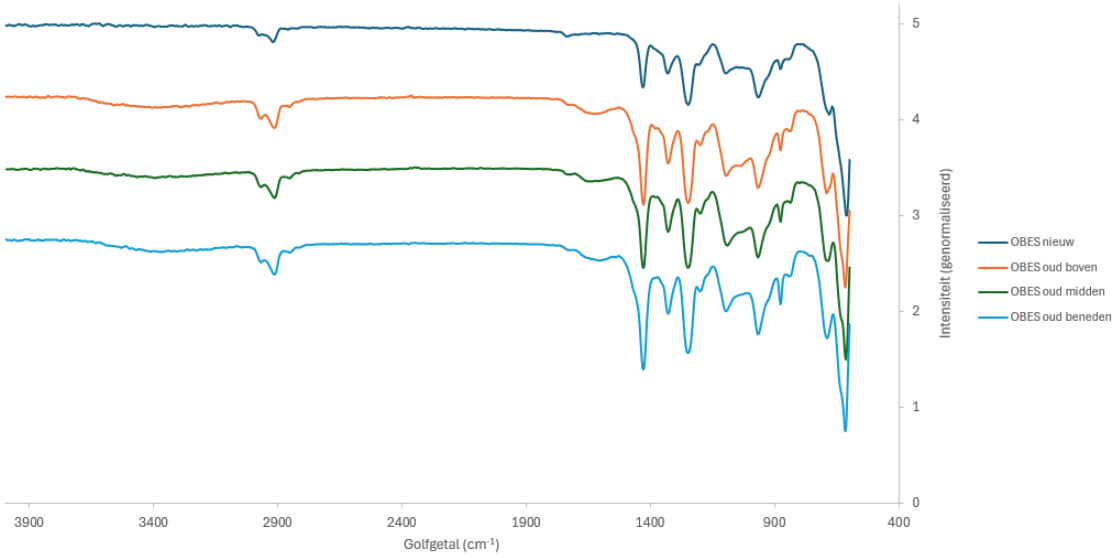

Figuur 3: Stereo microscopie plaatjes van de 4 monsters (binnenkant monster).

# 4.2 µ-FTIR analyse

## 4.2.1 Analyse

Voorbeeld µ-FTIR spectra van de vier onderzochte monsters zijn weergegeven in Figuur 7, overige spectra zijn in de Appendix in Figuur A3 t/m Figuur A6 weergegeven. Een overzicht van de Stereo en µ-FTIR observaties van de monsters is weergegeven in Tabel 2. De µ-FTIR meting van het monster ''OBES nieuw'' is vergeleken met het spectrum van PVC uit de bibliotheek, de functionele groepen van de spectra kwamen overeen en daarom is gekozen om voor de rest van de metingen de spectra van ''OBES nieuw'' als referentie te nemen om de monsters ''OBES oud boven, midden, beneden'' mee te vergelijken.

Over het algemeen komen de spectra van de oude buis (OBES oud (boven, midden en beneden)) overeen met de referentie. Ook de functionele groepen van PVC zijn vergelijkbaar voor de oude buizen vergeleken met de nieuwe buis. Een verschil is te zien in een brede piek met milde intensiteit voor alle 3 de buizen rondom 3400 $cm^{-1}$ en 1600 $cm^{-1}$. De piek rondom 3400 $cm^{-1}$ kan duiden op de aanwezigheid van O-H (hydroxyl)groepen, vaak afkomstig van geabsobeerd water. De piek rond 1600 $cm^{-1}$ duidt op de aanwezigheid van geconjugeerde koolstof-koolstof bindingen (C=C) die vaak het resultaat zijn van dechlorering van het materiaal als gevolg van milde degradatie.




Figuur 4: Voorbeeld µ-FTIR spectra van de vier onderzochte monsters, OBES nieuw, oud boven, oud midden en oud beneden.

Voor enkele gemeten spectra weergegeven in Figuur A3 t/m Figuur A6 werden er afwijkende functionele groepen geobserveerd. Bij de monsters oud midden werd er aan de binnenkant van het materiaal metingen uitgevoerd op een stukje buis met bruine verkleuring. Deze spectra vertonen geen karakteristieke pieken van PVC en duiden op mogelijke vervuiling aan de binnenkant van de buis. Een overzicht van de afwijkende pieken en de daarbij horende toekenning is bijgevoegd in de appendix (zie Tabel A1).

### 4.2.2 Carbonyl Index

Als mate van veroudering is de CI bepaald met behulp van integratie van de µ-FTIR spectra. Een overzicht van de berekende CI is weergegeven in Tabel 3. Uit de berekeningen van de CI voor de monsters blijkt dat er een duidelijke variatie is in de mate van oxidatieve degradatie tussen nieuw en oud materiaal, evenals tussen binnen- en buitenzijden van monsters.

Voor het nieuwe OBES materiaal is de CI laag en consistent bij meerdere metingen. De CI van de binnenkant heeft een gemiddelde waarde van 0.057, terwijl de buitenkant een waarde heeft van gemiddeld 0.127. Dit verschil kan suggereren dat de buitenzijde van het nieuwe materiaal al meer is blootgesteld aan omgevingsfactoren die degradatie kunnen veroorzaken, zoals UV-veroudering tijdens bovengrondse opslag alvorens het plaatsen.

Bij het oude OBES materiaal zijn de resultaten wisselender. Het monster ‘boven’ toont een grote spreiding in de CI aan de buitenzijde, de waarden variëren van -0.016 tot 1.845. De negatieve waarde wijst mogelijk op een incorrecte integratie, in de spectra van deze meting is geen duidelijke carbonyl piek geobserveerd. Hierdoor is er met een negatief oppervlakte de CI berekend en heeft dit geresulteerd in een waarde van -0.016. De hoge waarde van 1.845 duidt op oxidatie. De grote spreiding die is waargenomen tussen de resultaten kan wijzen op heterogene oxidatie en degradatie. Er zijn geen resultaten van de binnenkant van het monster ‘boven’ omdat er niet betrouwbaar gemeten kon worden door een brede piek in het spectra tussen 1800-1490 $cm^{-1}$. In deze spectra werd naast deze brede piek geen carbonyl piek waargenomen.

Het monster ‘’OBES oud midden’’ vertoont een interessante observatie; een schoon geschrapen stukje van de binnenkant heeft een relatief hoge CI van 0.158, vergeleken met de CI van 0.057 van de binnenkant van het nieuwe materiaal. Deze waarde laat zien dat er aan de binnenkant tekenen van veroudering aanwezig zijn, echter is dit een enkele meting en kan hier niet met zekerheid uitspraken over gedaan worden. De buitenkant van dit monster toont lage CI waarden met gemiddeld 0.065, deze waarde komen overeen met het nieuwe materiaal en vertonen geen tekenen van degradatie.

Voor de onderkant van het oude materiaal is de CI van de binnenkant (0.055 gemiddeld) vergelijkbaar met het nieuwe materiaal, dit duid op weinig tekenen van veroudering. De buitenkant van dit materiaal bevat één extreem negatieve waarde van -14.678. Deze CI waarde is ontstaan door een negatieve referentieband van C-H, omdat de referentieband van C-H een negatieve waarde is, is de berekende CI niet betrouwbaar. De tweede meting aan de buitenkant van 0.038 laat zien dat er geen tekenen van veroudering zijn.

Tabel 2: Overzicht van de berekende Carbonyl Index (CI).

| Monster | | Metingen | Gemiddelde CI | Mogelijke verklaring |
|---|---|---|---|---|
| **OBES nieuw** | **Binnenkant** | **n=2** | **0.057 ± 0.01** | **Geen oxidatie** |
| | **Buitenkant** | **n=2** | **0.127 ± 0.02** | **Milde oxidatie, mogelijk door bovengrondse opslag** |
| **OBES oud boven** | **Binnenkant** | **N.B.[a]** | **N.B.** | **-** |
| | **Buitenkant** | **n=3** | **0.624 ± 1.06** | **Milde oxidatie, grote variatie tussen metingen (heterogene oxidatie)** |
| **OBES oud midden** | **Binnenkant** | **n=1[b]** | **0.158** | **Milde oxidatie** |
| | **Buitenkant** | **n=2** | **0.065 ± 0.01** | **Geen oxidatie** |
| **OBES oud beneden** | **Binnenkant** | **n=2** | **0.055 ± 0.04** | **Geen oxidatie** |
| | **Buitenkant** | **n=2[c]** | **-7.320 ± 10.41** | **Grote variatie, onbetrouwbare data** |

[a] CI niet berekend omdat er geen carbonyl piek in de spectra aanwezig was om te integreren.
[b] CI berekend voor 1 van de 3 spectra van het monster OBES oud midden binnenkant omdat er op 2 spectra geen carbonyl piek aanwezig was om te integreren.
[c] CI berekend voor 2 van de 3 spectra van het monster OBES oud beneden omdat er op 1 spectra geen carbonyl piek aanwezig was om te integreren.

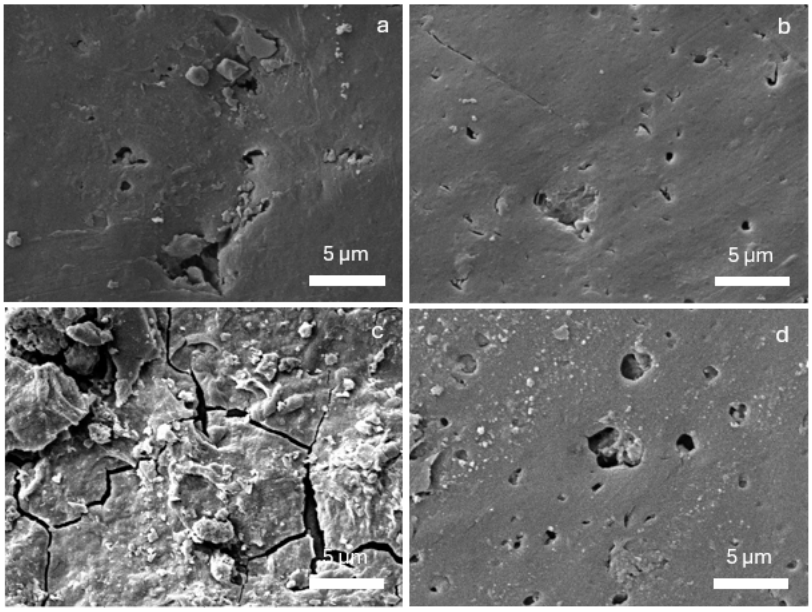
# 4.3 SEM-EDX analyse

## 4.3.1 Morfologie

Scanning elektronen microscopie opnames van de vier onderzochte monsters die het typische beeld weergeven zijn in Figuur 6 weergegeven. Overige SEM afbeeldingen zijn in de Appendix in Figuur A9 t/m Figuur A15 weergegeven.

De nieuwe OBES buis vertoont oneffenheden op het oppervlakte zoals gleuven en putjes. In de drie monsters ''OBES oud boven, midden en beneden'' worden vergelijkbare oneffenheden waargenomen op het oppervlakte. Dit betekent dat er geen duidelijke tekenen van veroudering zijn waargenomen, omdat de oude buizen een vergelijkbaar oppervlakte hebben als de nieuwe OBES buis. Het is mogelijk dat dit type oppervlakte verstoringen zijn ontstaan tijdens het extrusie proces (productie proces van het PVC materiaal).

Specifiek voor het monster OBES oud midden is een aanslag waargenomen. De BSE opnames van de monsters vertonen weinig kleurverschil, wat kan duiden op een homogene materiaalsamenstelling. Dit betekent dat het oppervlakte bestaat uit materialen met vergelijkbare atoomnummers, bijvoorbeeld als het hele oppervlak uit één soort kunststof bestaat.




Figuur 5: Scanning elektronen microscopie afbeeldingen van de 4 monsters (binnenkant monster). De plaatjes zijn alle 4 opgenomen in SE 10kx 5kV met a: OBES nieuw, b: OBES oud boven, c: OBES oud midden, en d: OBES oud beneden.

## 4.3.2 Gemiddelde elementensamenstelling

De gemiddelde elementsamenstellingen van de 4 OBES buis monsters gemeten aan de binnenkant en buitenkant deze monsters is berekend aan de hand van de opgenomen EDX spectra en zijn weergegeven in Tabel A4 t/m Tabel A17. Een samenvatting van deze resultaten is weergegeven in Tabel 4.

De 4 onderzochten OBES monsters bestonden voornamelijk uit koolstof (C), zuurstof (O) en Chloor (Cl) en in kleinere hoeveelheden calcium (Ca) en ijzer (Fe). Naast deze elementen is er kwalitatief ook silicium (Si) en kalium (K) aangetoond in de monsters, maar dit gehalte was zodanig laag (<0.5%) dat een betrouwbare kwantificering met de RMA techniek niet goed mogelijk was. De vier onderzochte monsters verschilden op de volgende punten van elkaar met betrekking tot hun gemiddelde elementsamenstelling:

- O is over het algemeen laag (<6.3%) behalve voor het monster oud midden, O is bij de binnenkant van dit monster 30.4% (niet geschraapt) en 14.5% (geschraapt).
- Fe is over het algemeen laag (<0.5%) behalve voor het monster oud midden, Fe is bij de binnenkant van dit monster 14.0% (niet geschraapt) en 1.6% (geschraapt). Dit kan mogelijk duiden op FeO aanslag op de binnenkant van dit monster. Dat zou de bruine aanslag op dit monster kunnen verklaren.
- Ca is in een aantal monsters meer aanwezig, maar wel in lage hoeveelheden (<1.8)

Tabel 3: Overzicht van de resultaten van de semi-kwantitatieve analyse van de OBES binnenkant (1, 2, 3, 4) en OBES buitenkant (2, 3, 4).

| Code | Sub-code | | Semi-kwantitatieve analyse (Massa%) [a] | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
| OBES-binnenkant | Nieuw | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 51.1 | 4.6 | <0.5 | 44.3 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 47.6 | 1.7 | <0.5 | 49.0 | <0.5 | 1.8 | <0.5 |
| | Oud boven | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 51.0 | 6.3 | <0.5 | 41.1 | <0.5 | 1.7 | <0.5 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 56.7 | 4.2 | <0.5 | 38.2 | <0.5 | 0.7 | <0.5 |
| | Oud midden | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 52.8 | 14.5 | <0.5 | 31.1 | <0.5 | <0.5 | 1.6 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 34.4 | 30.4 | <0.5 | 19.0 | <0.5 | 1.6 | 14.0 |
| | Oud beneden | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 47.6 | 3.7 | <0.5 | 48.7 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 48.9 | 2.8 | <0.5 | 47.6 | <0.5 | 2.1 | <0.5 |
| OBES-buitenkant | Oud boven | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 52.7 | 5.0 | <0.5 | 42.3 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 50.6 | 2.2 | <0.5 | 46.3 | <0.5 | 0.8 | <0.5 |
| | Oud midden | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 49.5 | 6.6 | <0.5 | 43.9 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 46.3 | 11.1 | <0.5 | 41.0 | <0.5 | <0.5 | 2.1 |
| | Oud beneden | Gemiddelde (n=3) | 5kV | Geschraapt | 50.3 | 4.8 | <0.5 | 45.0 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| | | | 15 kV | Niet geschraapt | 49.0 | 4.2 | <0.5 | 45.7 | <0.5 | 1.1 | <0.5 |

a) Elementen voornamelijk aanwezig in het EDX-spectrum, (sporen van) andere elementen kunnen aanwezig zijn.

### 4.3.3 C/O verhouding SEM-EDX

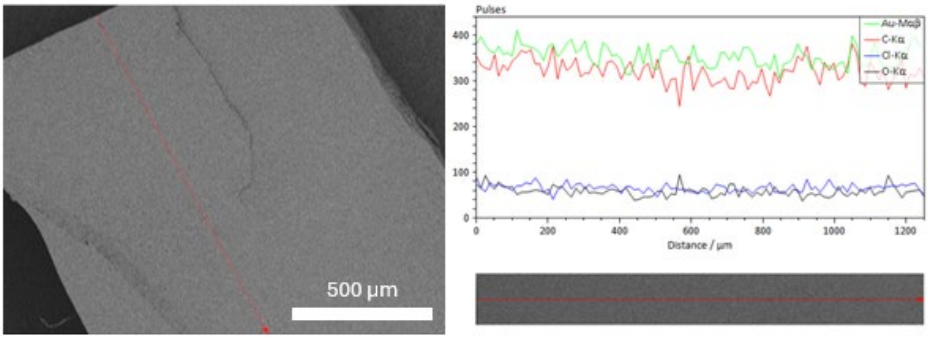
De koolstof/zuurstof (C/O) verhouding is bepaald aan de hand van de gemiddelde elementsamenstelling en weergegeven in Tabel 5. Over het algemeen komen de C/O verouderingen overeen met de nieuwe buis, met als uitzondering het monster OBES-oud midden (binnenkant) met een C/O verhouding van 3.6. In deze RMA is oxide in hogere mate aanwezig. Er kan geen uitspraak gedaan worden over de mate van veroudering bij deze meting. De verhoogde oxide kan een andere oorzaak hebben. Er is op dit monster aanslag waargenomen wat de verhouding C/O van 3.6 zou kunnen verklaren.

Tabel 4: C/O verhouding bepaald met de SEM

| Code | Sub-code | C | O | C/O verhouding |
|---|---|---|---|---|
| OBES-binnenkant | Nieuw | 51.1 | 4.6 | **11.1** |
| | Oud boven | 51.0 | 6.3 | **8.1** |
| | Oud midden | 52.8 | 14.5 | **3.6** |
| | Oud beneden | 47.6 | 3.7 | **12.9** |
| OBES-buitenkant | Oud boven | 52.7 | 5.0 | **10.5** |
| | Oud midden | 49.5 | 6.6 | **7.5** |
| | Oud beneden | 50.3 | 4.8 | **10.5** |

### 4.3.4 Lijnscan

SEM opnames voor de lijnscan analyse van de vier onderzochte monsters zijn opgenomen en een representatieve lijnscan is weergegeven in Figuur 7. De lijnscan analyse van de 4 monsters laat zien dat de intensiteit van de elementen C, O en Cl niet verandert dieper het materiaal in. De gemiddelde elementsamenstelling van C, O en Cl blijft over het algemeen hetzelfde.




Figuur 6: Representatieve lijnscan gemeten met SEM-EDX.

# 5 Conclusies en outlook

Uit de resultaten van de gecombineerde analyses blijkt dat de oude OBES-monsters over het algemeen vergelijkbare oppervlaktekenmerken vertonen als de nieuwe buis. Zowel de stereo microscopie als de SEM-beelden tonen vergelijkbare oneffenheden zoals putjes en gleuven, wat suggereert dat er geen mechanische schade heeft plaatsgevonden ondanks de belasting op het materiaal tijdens het verplaatsen en verwijderen van het systeem. Deze oppervlakte kenmerken kunnen bovendien voortkomen uit het productieproces, transport, de installatie en/of verwijdering, en zijn dus niet noodzakelijk een gevolg van veroudering. Met stereo microscopie is waargenomen dat de nieuwe buis een heldere blauwe kleur heeft, in contrast met de doffere uitstraling van de oude monsters. Daarnaast is er bij de binnenkant van het monster 'OBES oud midden' een bruine aanslag waargenomen.

De µ-FTIR analyse laat bij enkele monsters tekenen van degradatie zien, zoals verhoogde CI waarden en de aanwezigheid van brede pieken rond 3400 $cm^{-1}$ (hydroxyl) en 1600 $cm^{-1}$ (C=C), mogelijk als gevolg van water absorptie en dechlorering van het PVC materiaal. Vooral bij het monster 'OBES oud midden' werd een verhoogde CI gemeten en een bruine aanslag waargenomen. SEM-EDX bevestigde dit met verhoogde zuurstof- en ijzergehaltes in dit monster, wat wijst op ijzeroxidevorming.

De lijnscananalyse met de SEM-EDX toont aan dat de intensiteit van de elementen C, O, en Cl consistent blijft dieper het materiaal in, wat suggereert dat eventuele veroudering zich vooral aan het oppervlak manifesteert.

Hoewel deze resultaten waardevolle inzichten bieden, is een volledig betrouwbare vergelijking tussen het nieuwe en de oude monsters niet mogelijk. Er kunnen namelijk verschillen bestaan in molecuulgewicht, samenstelling van additieven en het proces waarmee de buizen zijn geproduceerd. Deze variabelen maken het lastig om de gemeten verschillen eenduidig toe te schrijven aan veroudering.

Hoewel op basis van deze metingen geen harde conclusie kan worden getrokken t.a.v. de degradatie van de buizen, laat het wel zien dat:

- er mechanische schade is aan het oppervlak, oude en nieuwe samples hebben dezelfde oppervlak kenmerken.
- sommige CI metingen op materiaal degradatie lijken te duiden, maar die kunnen ook deels door externe vervuiling worden veroorzaakt.
- de SEM-EDX metingen geen degradatie laten zien in het gehele materiaal, dus eventuele veroudering treedt slechts op aan het oppervlak.

Om dit beter te kunnen beoordelen, zouden aanvullende testen nodig zijn, zoals een slow crack growth analyse, waarmee de lange termijn mechanische integriteit van het materiaal beter kan worden vastgesteld.

**Aanbeveling voor vervolgonderzoek:**
Om de robuustheid en circulariteit van bodemenergiesystemen richting 2030 en 2050 te verbeteren, wordt aanbevolen om vervolgonderzoek over de materiaal levensduur uit te voeren op basis van een bredere dataset. Deze dataset zou meerdere typen buizen moeten omvatten van uiteenlopende leeftijden en herkomst, gecombineerd met mechanische testen zoals Slow Crack Growth (SCG) met de ontwikkelde methode uit 2006 (J. Breen, 2006).

Daarnaast zijn de volgende onderzoekslijnen relevant:

- Dunwandiger systeem

Onderzoek naar de prestaties en levensduur van systemen met dunnere wanddiktes, in relatie tot ontwerpprincipes en materiaalkeuze. Dit zou het materiaalgebruik nodig voor bodemenergiesystemen kunnen verminderen.

- Verwijderbaarheid van het systeem

Ontwikkeling en evaluatie van methodes om het systeem effectief en schadevrij te kunnen verwijderen, met oog op hergebruik en/of recycling.

- Locatiespecifieke aanslag

Analyse van hoe aanslag varieert per grondlaag en locatie, en wat dit betekent voor materiaaldegradatie en onderhoudsstrategieën.

# 6 Ondertekening

Auteur

ValidSigned by Elena Höppener
on 2025-10-13 15:35:40

E.M. Höppener MSc
Scientist Integrator Microplastics

Tweede lezer

ValidSigned by martin bloemendal
on 2025-10-13 19:41:58

Dr. ir. J.M. Bloemendal
Lead scientist Underground Thermal Energy Storage

Autorisatie vrijgave

ValidSigned by Yvonne Schavemaker
on 2025-10-08 11:58:13

Y.A. Schavemaker MSc
Research manager

# 7 Referenties

Almond, J., Sugumaar, P., Wenzel, M. N., Hill, G., & Wallis, C. (2020). Determination of the carbonyl index of polyethylene and polypropylene using specified area under band methodology with ATR-FTIR spectroscopy. *E-Polymers*, *20*(1), 369–381. https://doi.org/10.1515/epoly-2020-0041

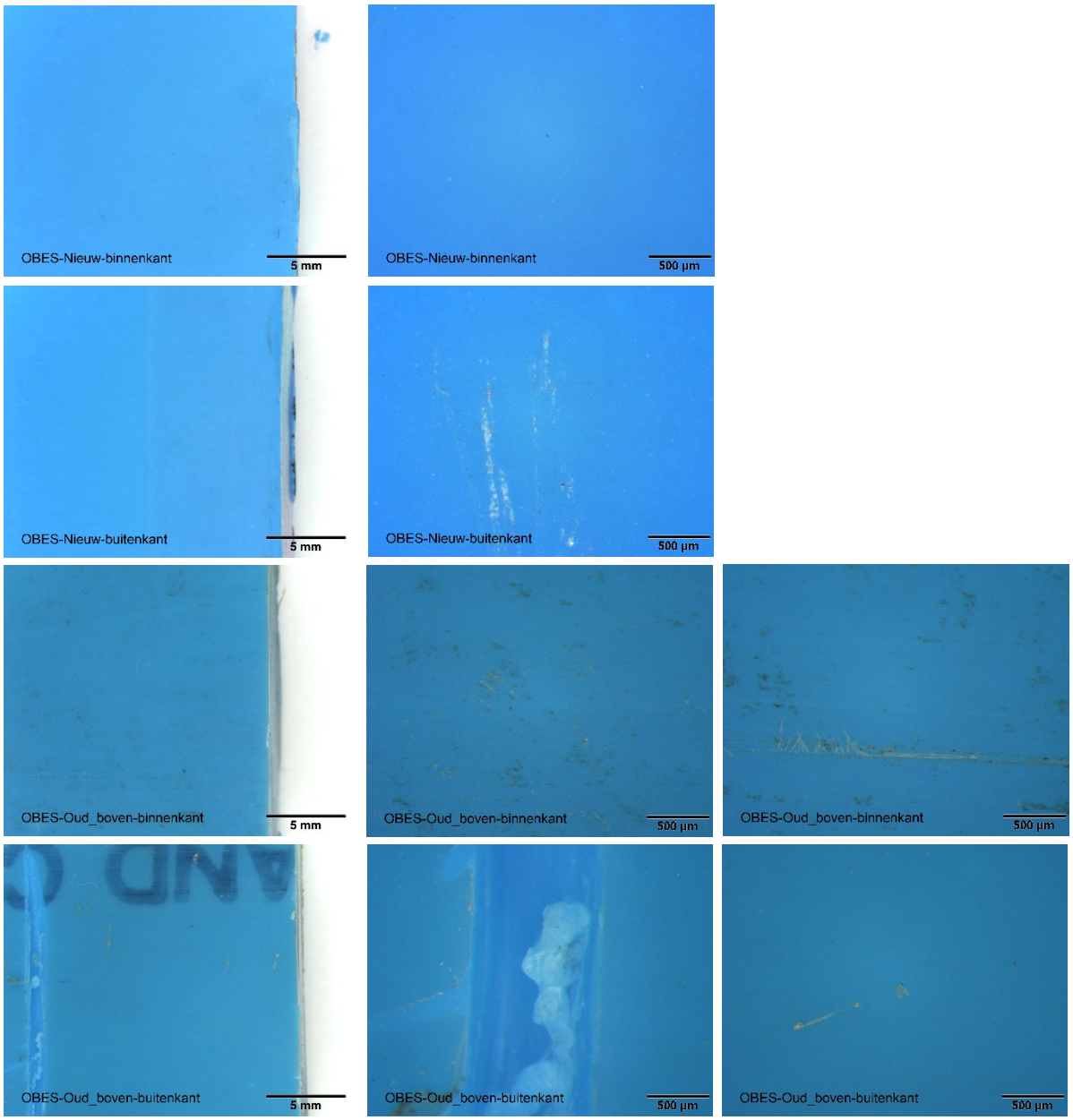
Celina, M. C., Linde, E., Martinez, E., & Celina, M. (1853). Carbonyl Identification and Quantification Uncertainties for Oxidative Polymer Degradation Accepted for publication in Polymer Degradation and Stability.

Walfridson, M., & Kuttainen Thyni, E. (2022). Automation of carbonyl index calculations for fast evaluation of microplastics degradation. https://urn.kb.se/resolve?urn=urn:nbn:se:kth:diva-315175

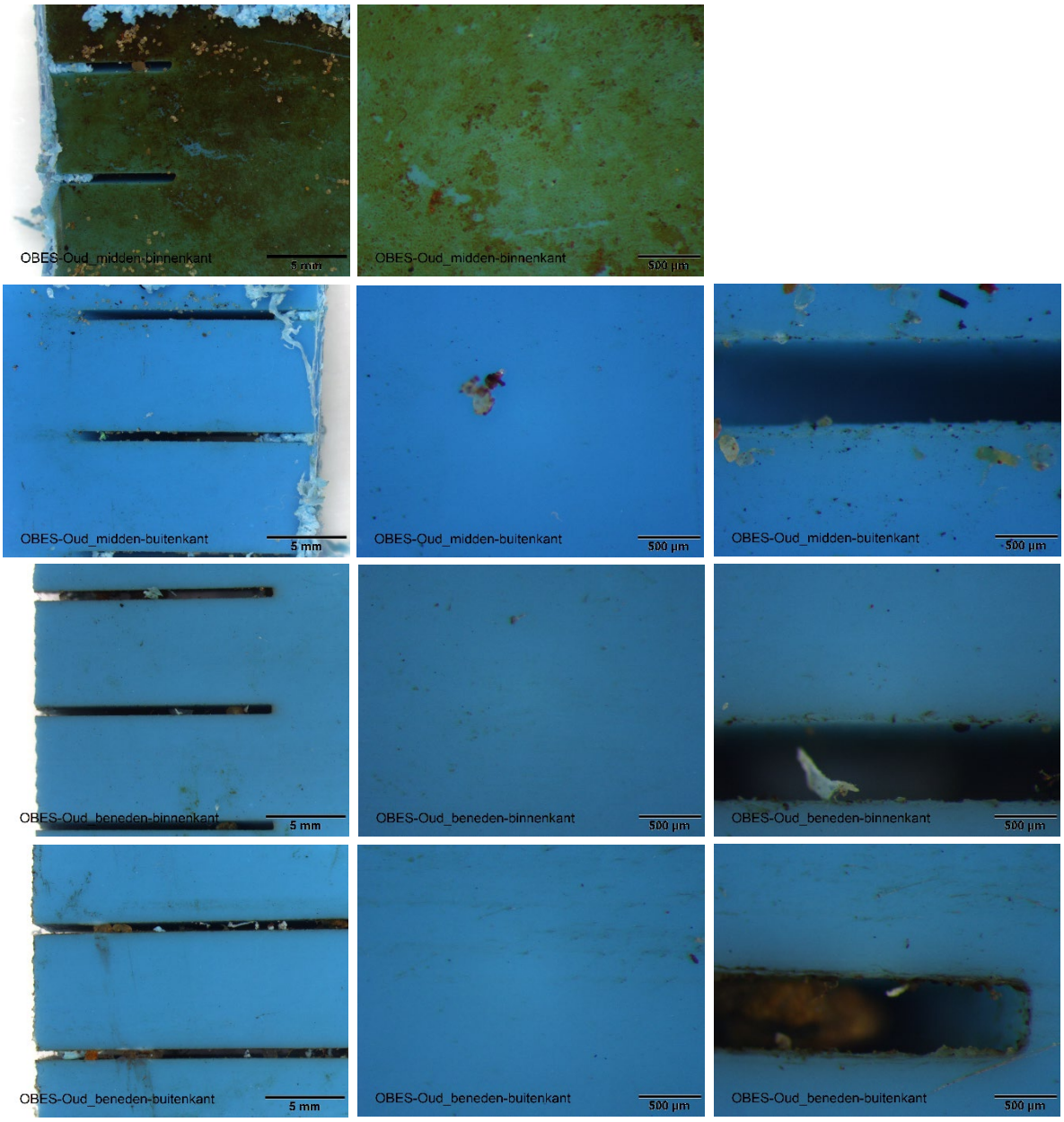
J Breen, Levensduurverwachting van bestaande PVC leiding, MT-RAP-06-18659/mso, TNO Industrie en Techniek, 2006

# 8 Appendix

## 8.1 Stereo microscopie afbeeldingen




Figuur A1: Stereomicroscopie opnames van de vier onderzochte OBES monsters.

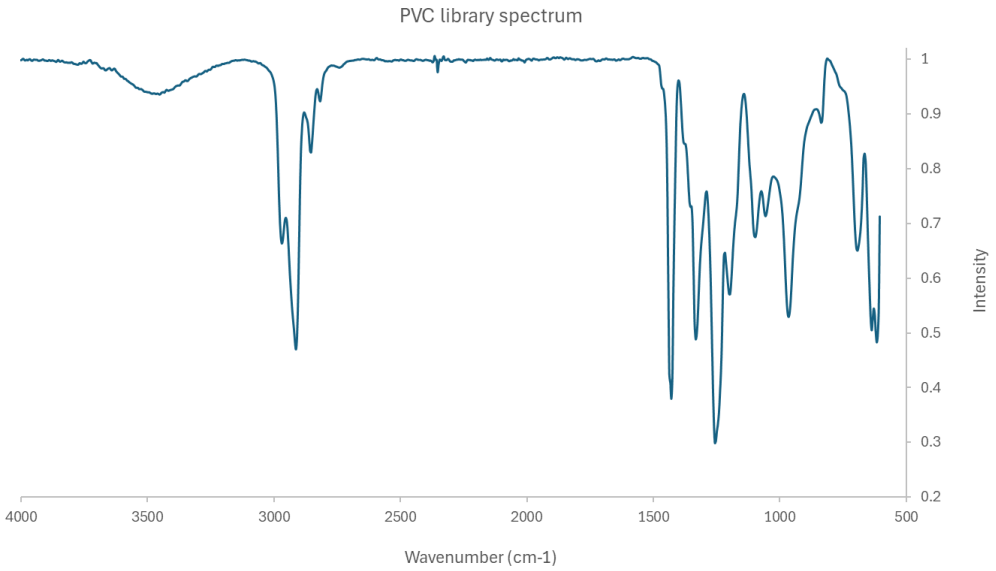



Figuur A1: Vervolg.

# 8.2 µ-FTIR spectrum

Tabel A1: Overzicht stereo en FTIR metingen.

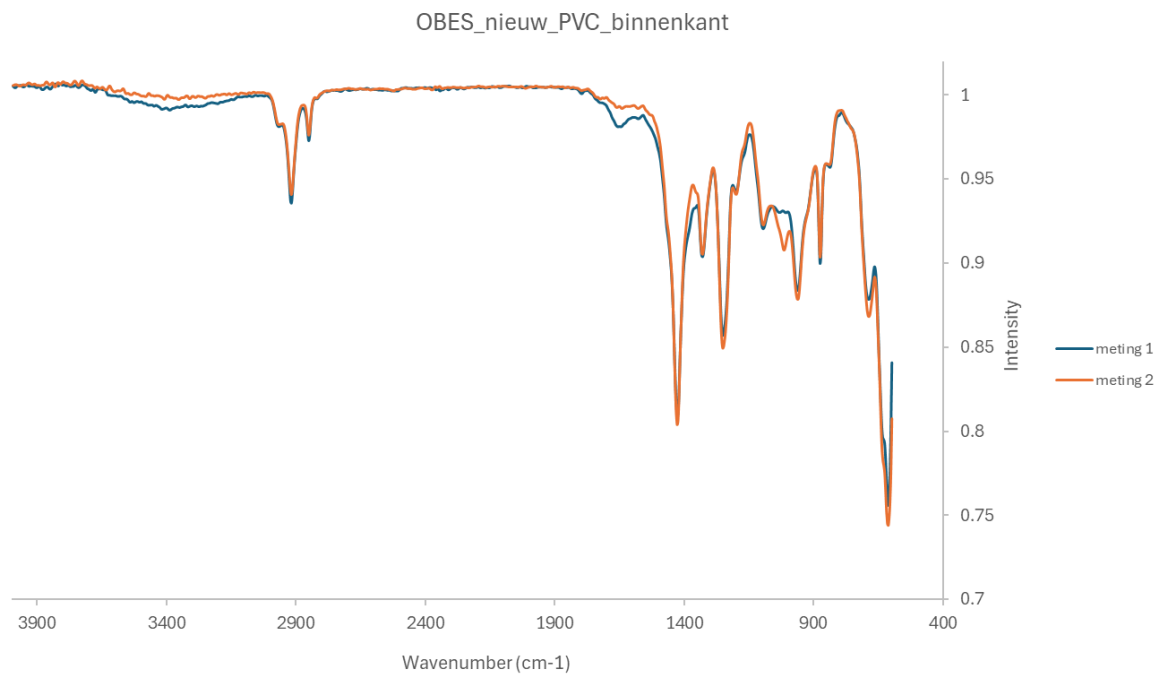
| Monster | Locatie | Visuele observatie (Stereo) | FTIR-pieken ($cm^{-1}$) | Verschil t.o.v. referentie |
|---|---|---|---|---|
| PVC Library | | | 1428, 1252, 964, 836, 692 | |
| OBES nieuw (referentie) | Binnenkant | Glad oppervlak, geen schade | 1427, 1252, 960, 840, 689 | Komt overeen met PVC library |
| | Buitenkant | Zichtbare beschadiging | 1431, 1244, 963, 840, 682 | Komt overeen met PVC library |
| OBES oud boven | Binnenkant | Verkleuring, beschadiging, bruine vlekken | 3400, 1631, 1430, 1252, 963, 837, 682 | Lagere intensiteit, 1631 $cm^{-1}$ brede piek, 3400 $cm^{-1}$ brede piek |
| | Buitenkant | Verkleuring, beschadiging | 1733, 1427, 1245, 967, 837, 693 | Lagere intensiteit, 1733 $cm^{-1}$ C=O piek in 1 van de 2 metingen |
| OBES oud midden | Binnenkant | Duidelijke bruine verkleuring, ruwer oppervlak | 3277, 1600, 1427, 1248, 960, 837, 682 | Lagere intensiteit, brede pieken bij 1600 en 3277 $cm^{-1}$ bij de verkleuring meting |
| | Buitenkant | Lichte verkleuring en beschadiging | 1427, 1248, 967, 882, 689 | Lagere intensiteit |
| OBES oud beneden | Binnenkant | Lichte schade, maar wel verkleuring | 1427, 1248, 963, 861, 682 | Lagere intensiteit |
| | Buitenkant | Lichte schade, maar wel verkleuring | 1: 1413, 1276, 963, 833, 731<br>2: 1603, 1420, 1034, 875, 689<br>3: 1730, 1452, 1238, 1160, 942 | Lagere intensiteit, lichte verschuivingen, 1730 $cm^{-1}$ C=O piek in 1 van de 3 metingen |
| | | | | |

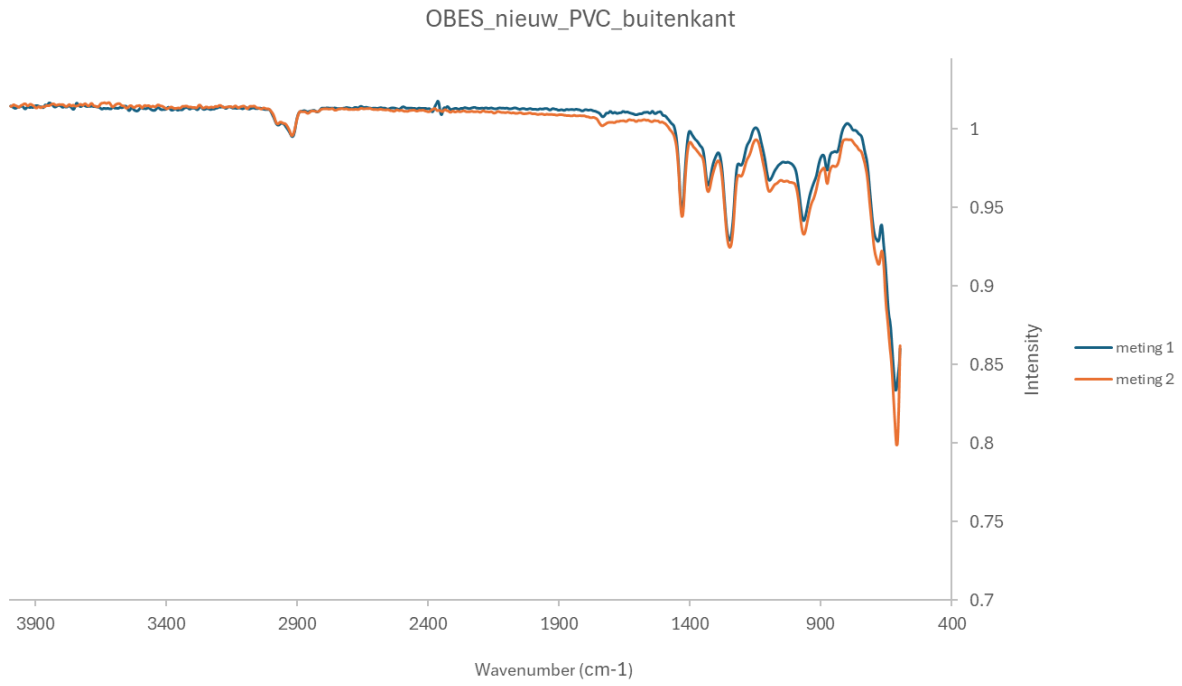



Figuur A2: Library spectrum of PVC.

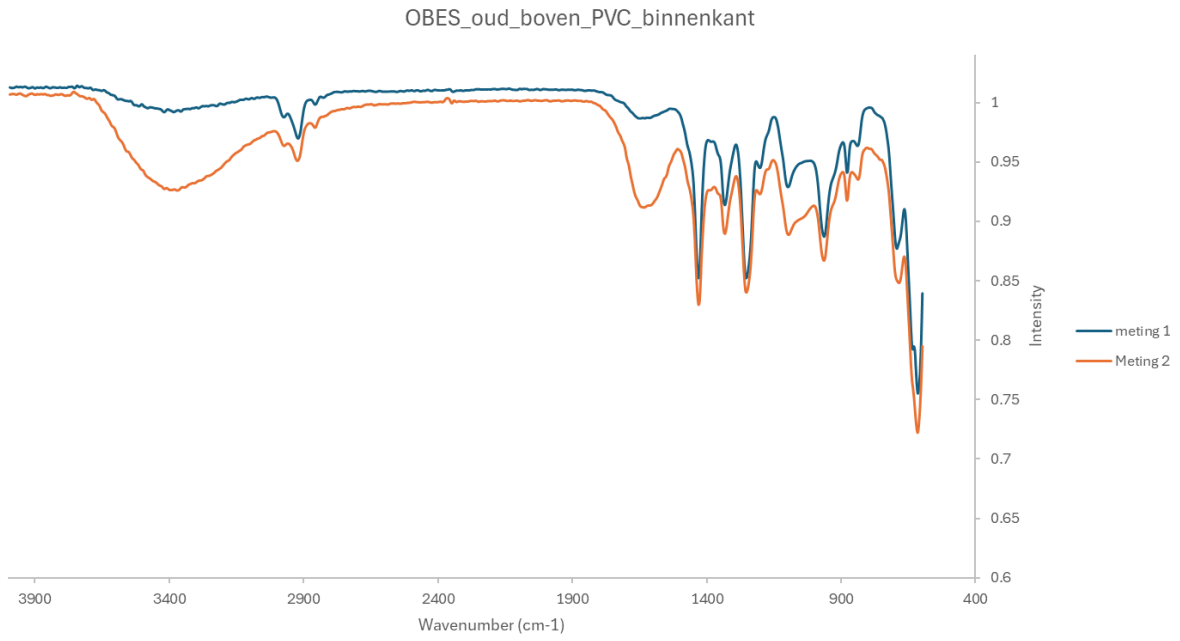
Tabel A2: Overzicht van de integratie resultaten van de µ-FTIR en de berekende Carbonyl Index (CI).

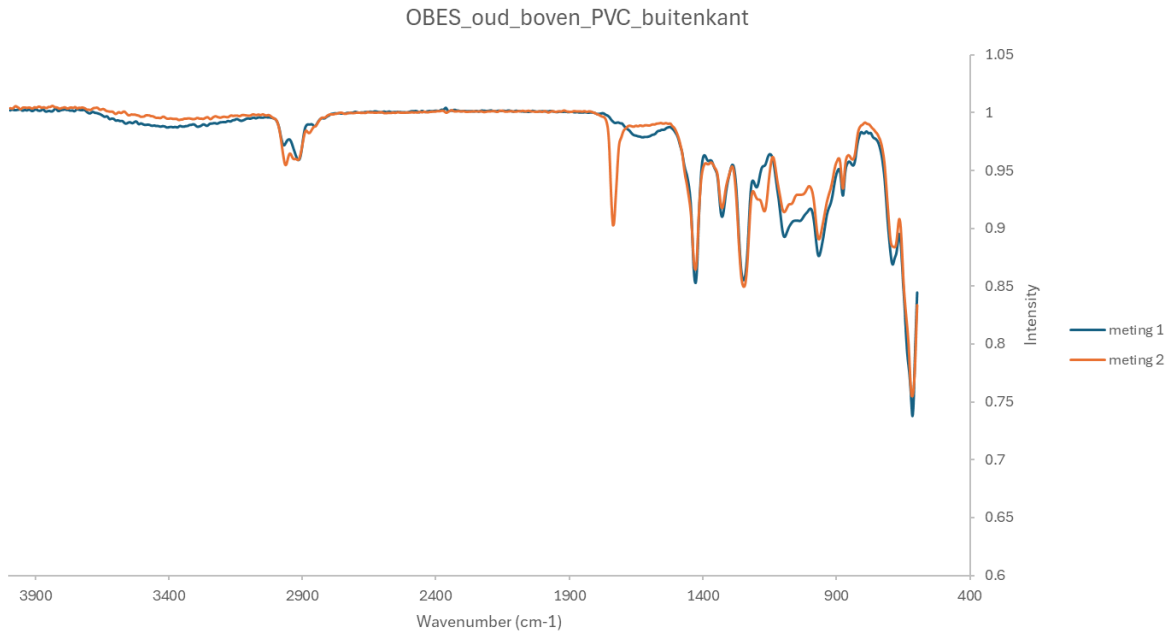
| Sample | | Meting | C=O | C-H | Carbonyl index |
|---|---|---|---|---|---|
| **OBES nieuw** | **Binnenkant** | **1** | **0.011** | **0.219** | **0.050** |
| | | **2** | **0.024** | **0.375** | **0.064** |
| | **Buitenkant** | **1** | **0.020** | **0.177** | **0.113** |
| | | **2** | **0.024** | **0.170** | **0.141** |
| **OBES oud boven** | **Binnenkant** | **1** | **N.B.** | **N.B.** | **N.B.** |
| | | **2** | **N.B.** | **N.B.** | **N.B.** |
| | **Buitenkant** | **1** | **0.017** | **0.396** | **0.043** |
| | | **2** | **0.559** | **0.303** | **1.845** |
| | | **3** | **-0.006** | **0.379** | **-0.016** |
| **OBES oud midden** | **Binnenkant** | **1 (schoon)** | **0.064** | **0.406** | **0.158** |
| | **Buitenkant** | **1** | **0.027** | **0.381** | **0.071** |
| | | **2** | **0.024** | **0.409** | **0.059** |
| **OBES oud beneden** | **Binnenkant** | **1** | **0.031** | **0.384** | **0.081** |
| | | **2** | **0.011** | **0.399** | **0.028** |
| | **Buitenkant** | **1 (schoon)** | **4.242** | **-0.289** | **-14.678** |
| | | **2** | **0.016** | **0.419** | **0.038** |



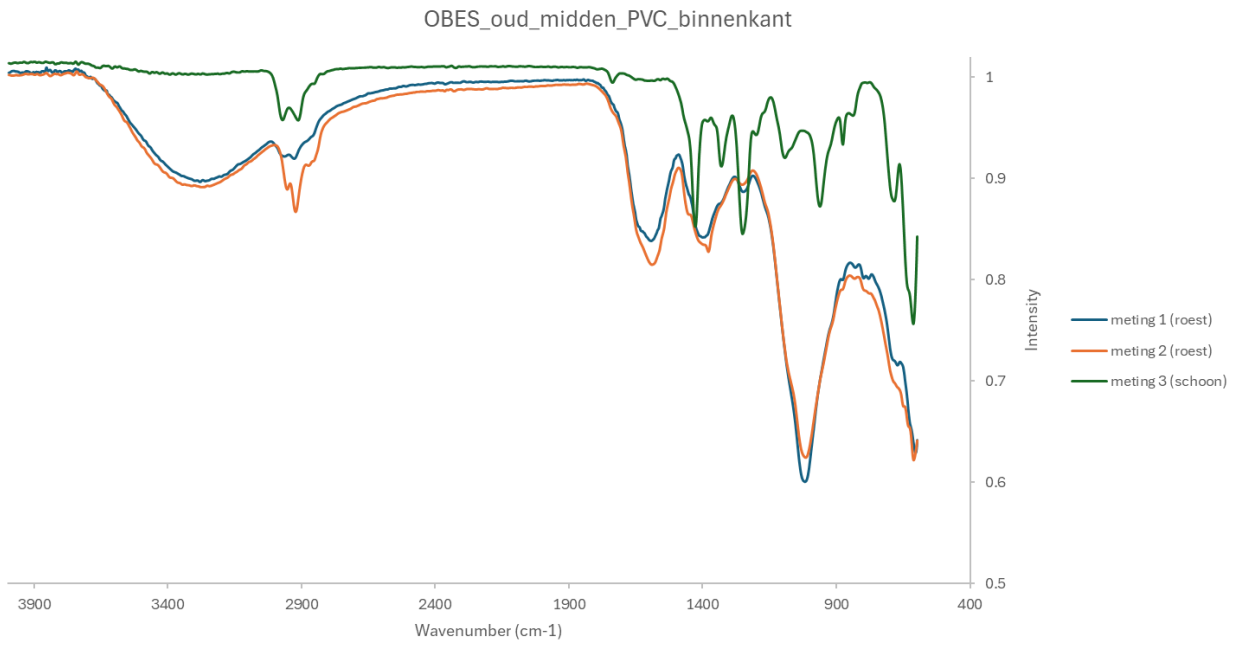



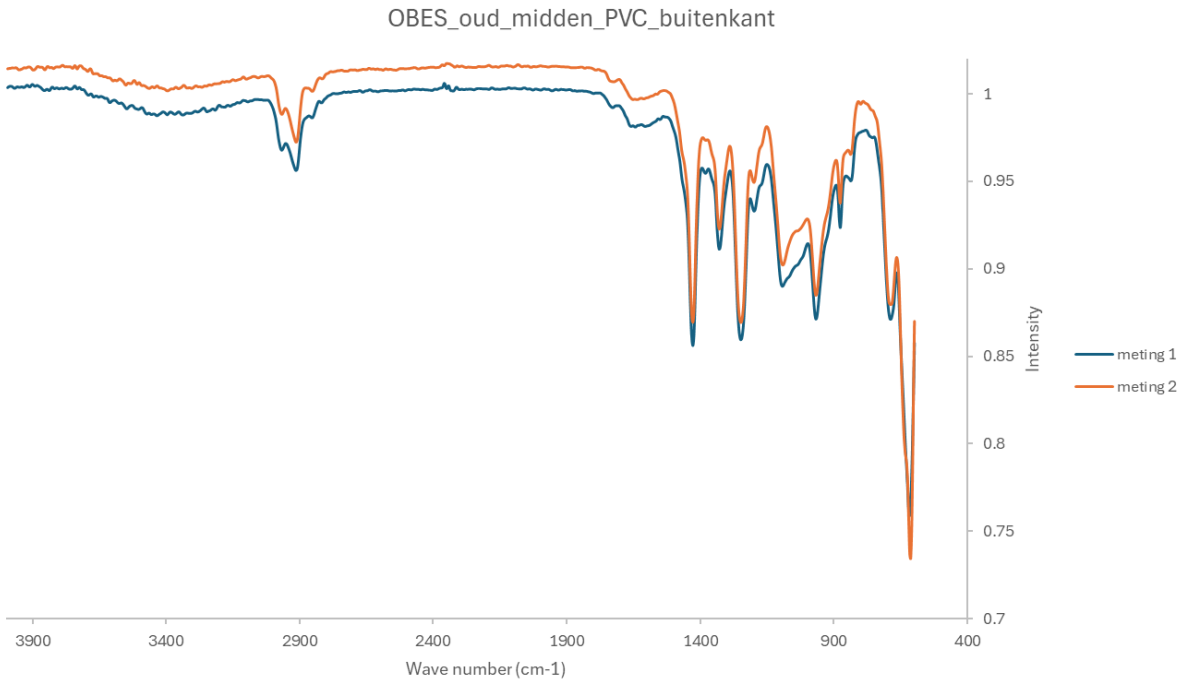

Figuur A3: µ-FTIR spectrum of OBES nieuw gemeten aan de binnenkant en buitenkant van de buis.



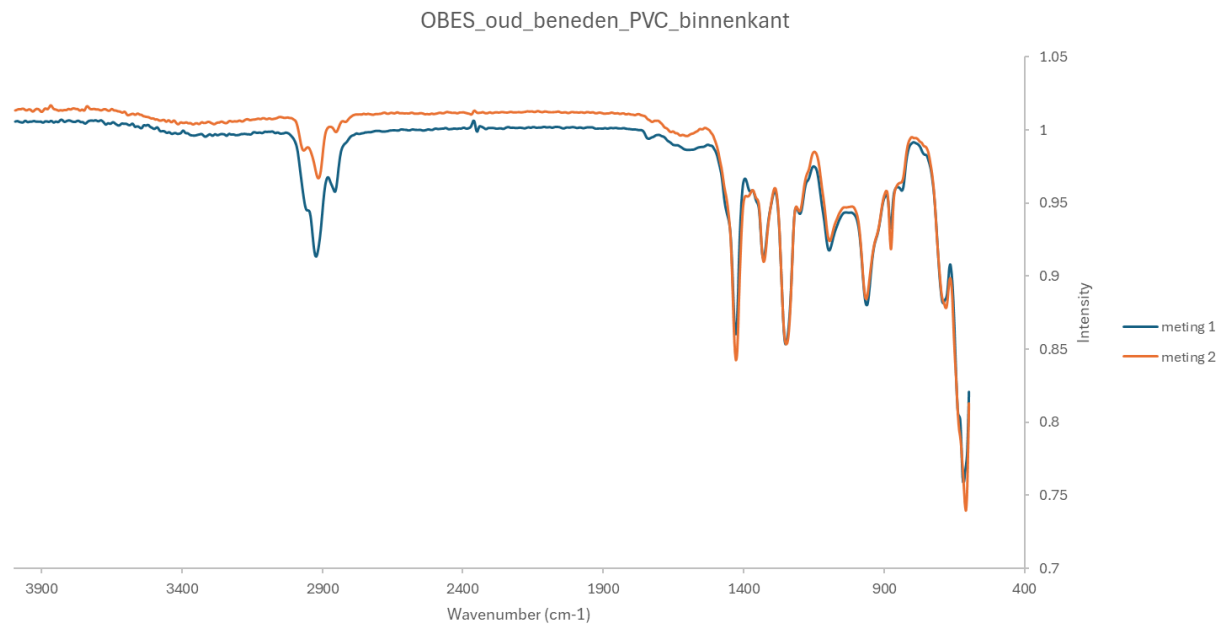



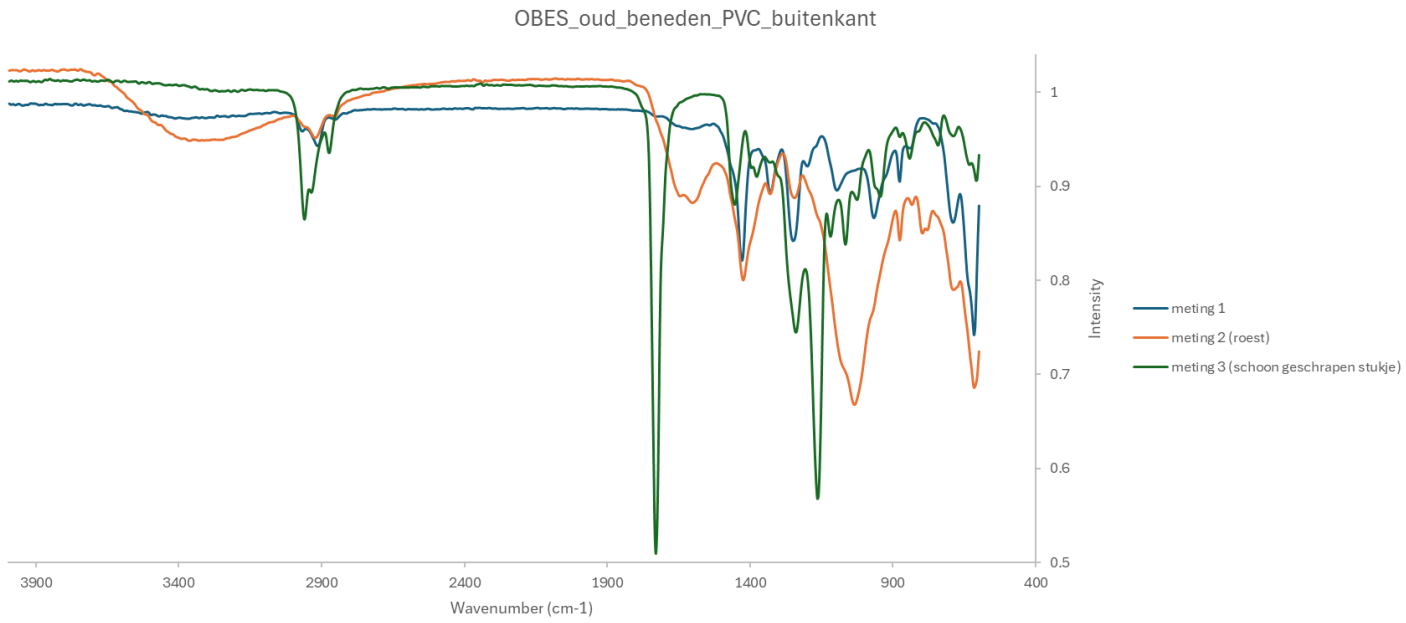

Figuur A4: µ-FTIR spectrum of OBES oud boven gemeten aan de binnenkant en buitenkant van de buis.



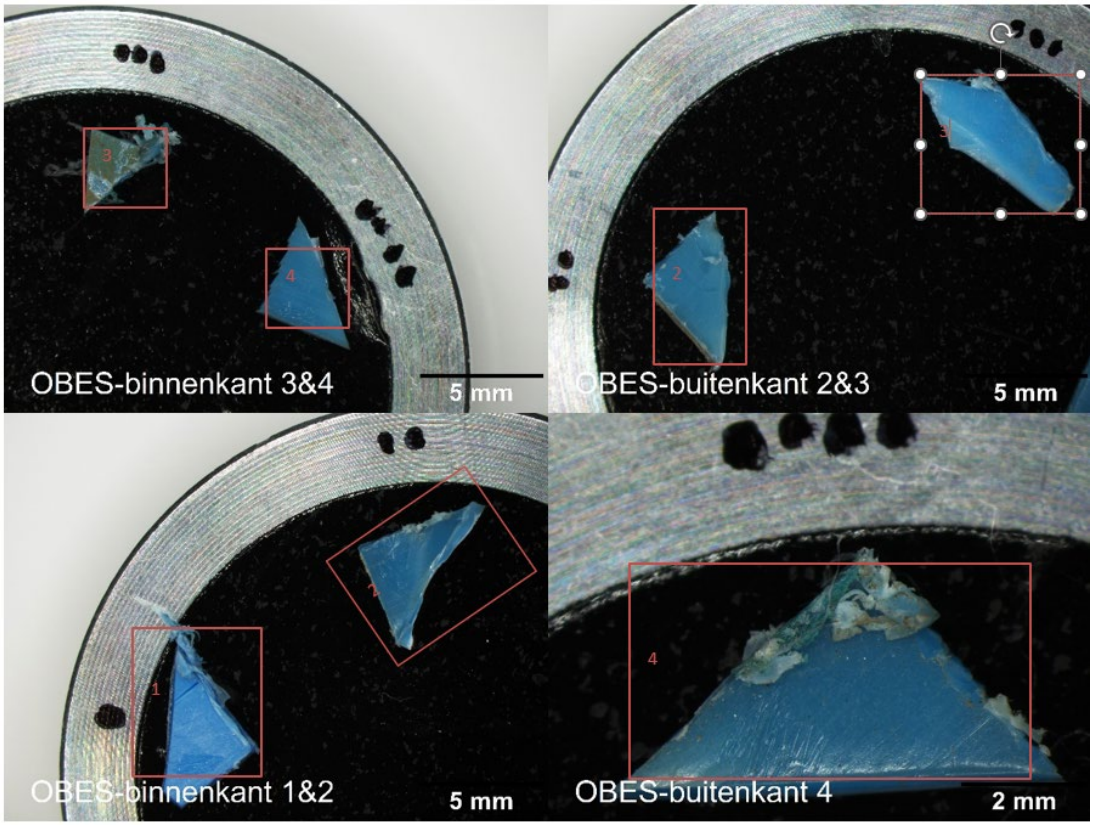

Figuur A5: µ-FTIR spectrum of OBES oud midden gemeten aan de binnenkant en buitenkant van de buis.




Figuur A6: µ-FTIR spectrum of OBES oud beneden gemeten aan de binnenkant en buitenkant van de buis.

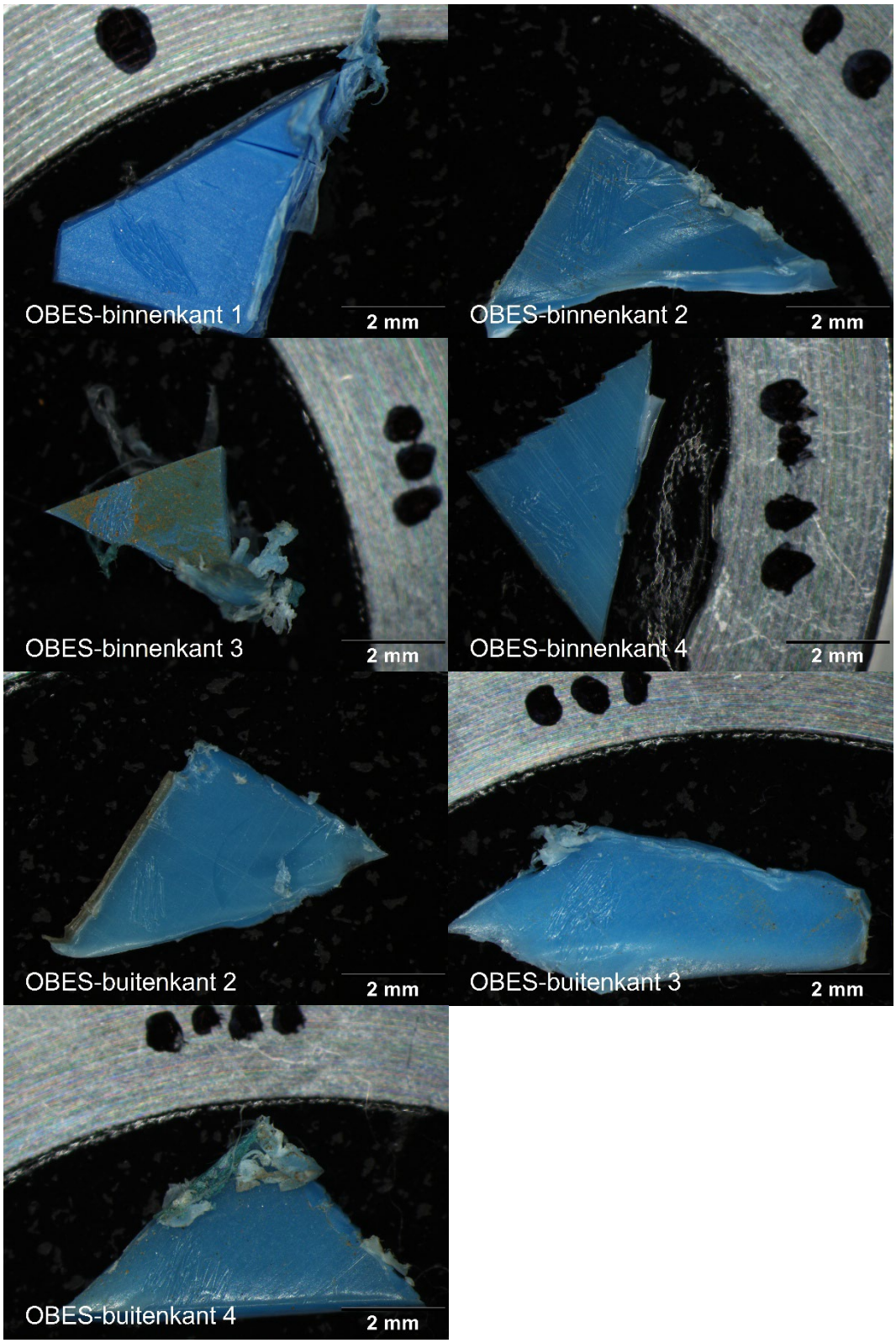
# 8.3 Stereo microscopie SEM voorbereidingen




Figuur A7: Overzichts foto's van de gesneden OBES buizen op de stub op 0.63x en 1.6x vergroting.

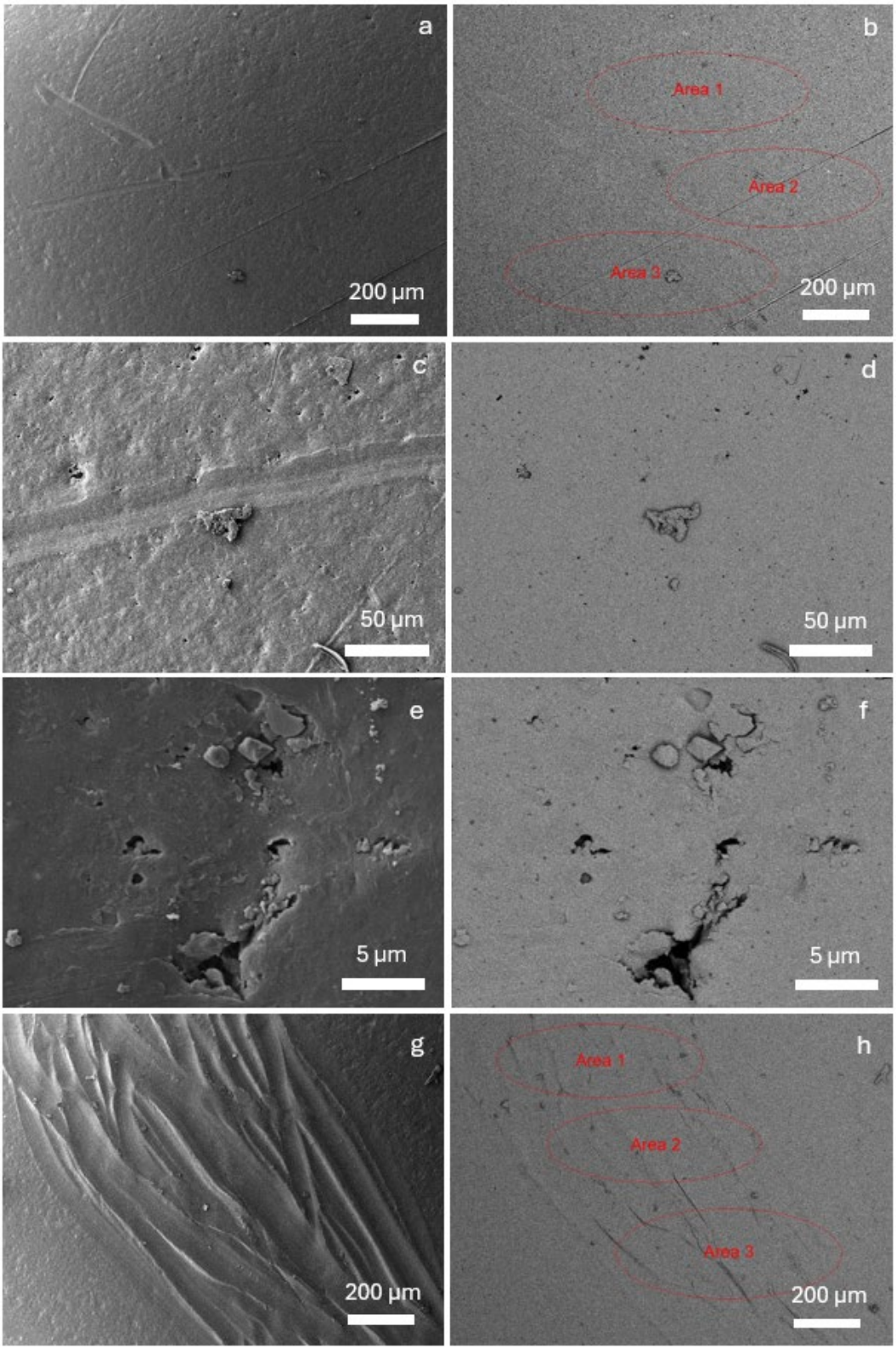
Tabel A3:

| Codering voor SEM | Monsternaam |
|---|---|
| **OBES-binnenkant 1** | **OBES-nieuw binnenkant** |
| **OBES-binnenkant 2** | **OBES-oud boven binnenkant** |
| **OBES-binnenkant 3** | **OBES-oud midden binnenkant** |
| **OBES-binnenkant 4** | **OBES-oud beneden binnenkant** |
| **OBES-buitenkant 2** | **OBES-oud boven buitenkant** |
| **OBES-buitenkant 3** | **OBES-oud midden buitenkant** |
| **OBES-buitenkant 4** | **OBES-oud beneden buitenkant** |

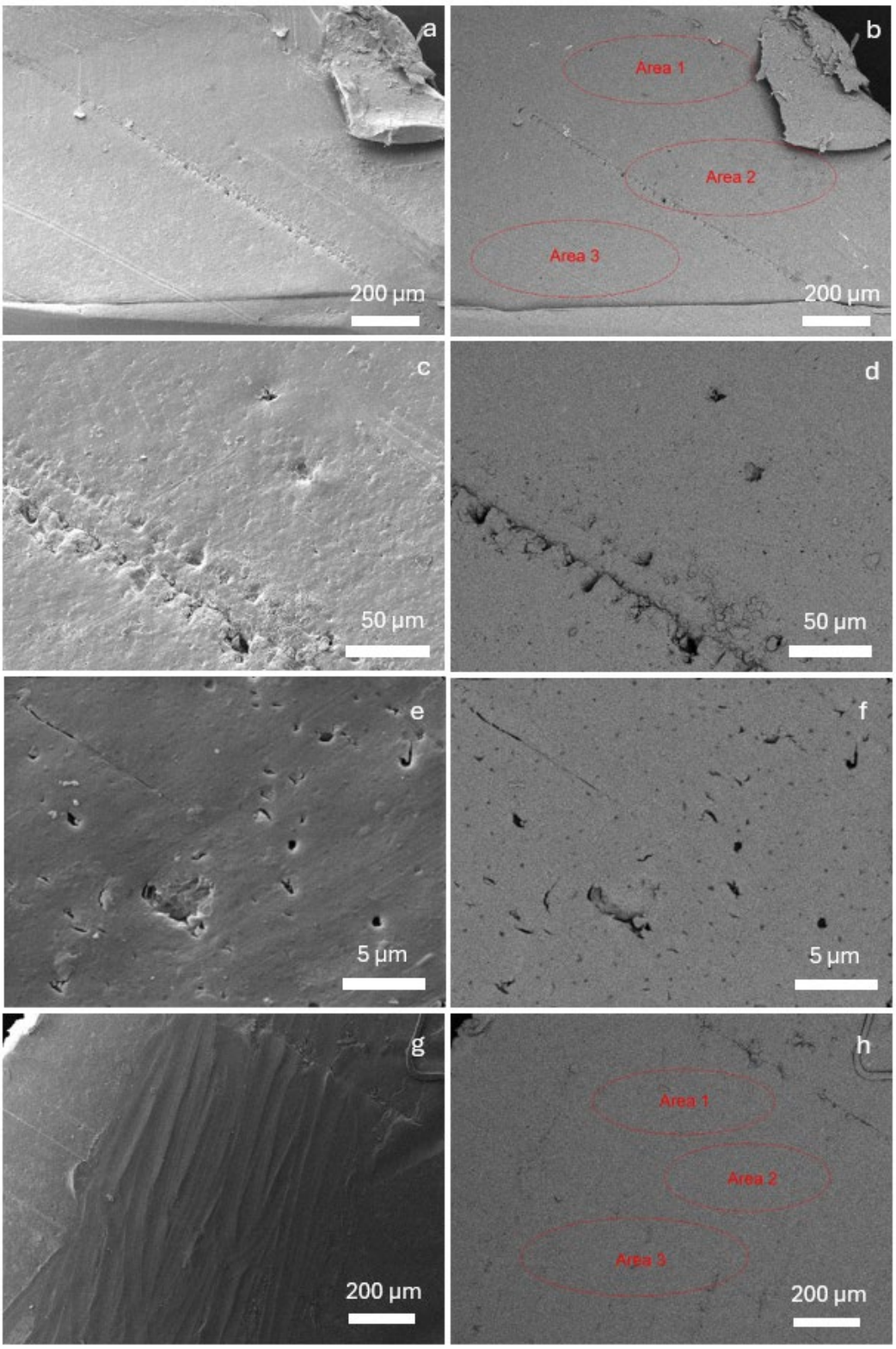



Figuur A8: Overzichts foto's van de gesneden OBES buizen op de stub op 1.6x vergroting.

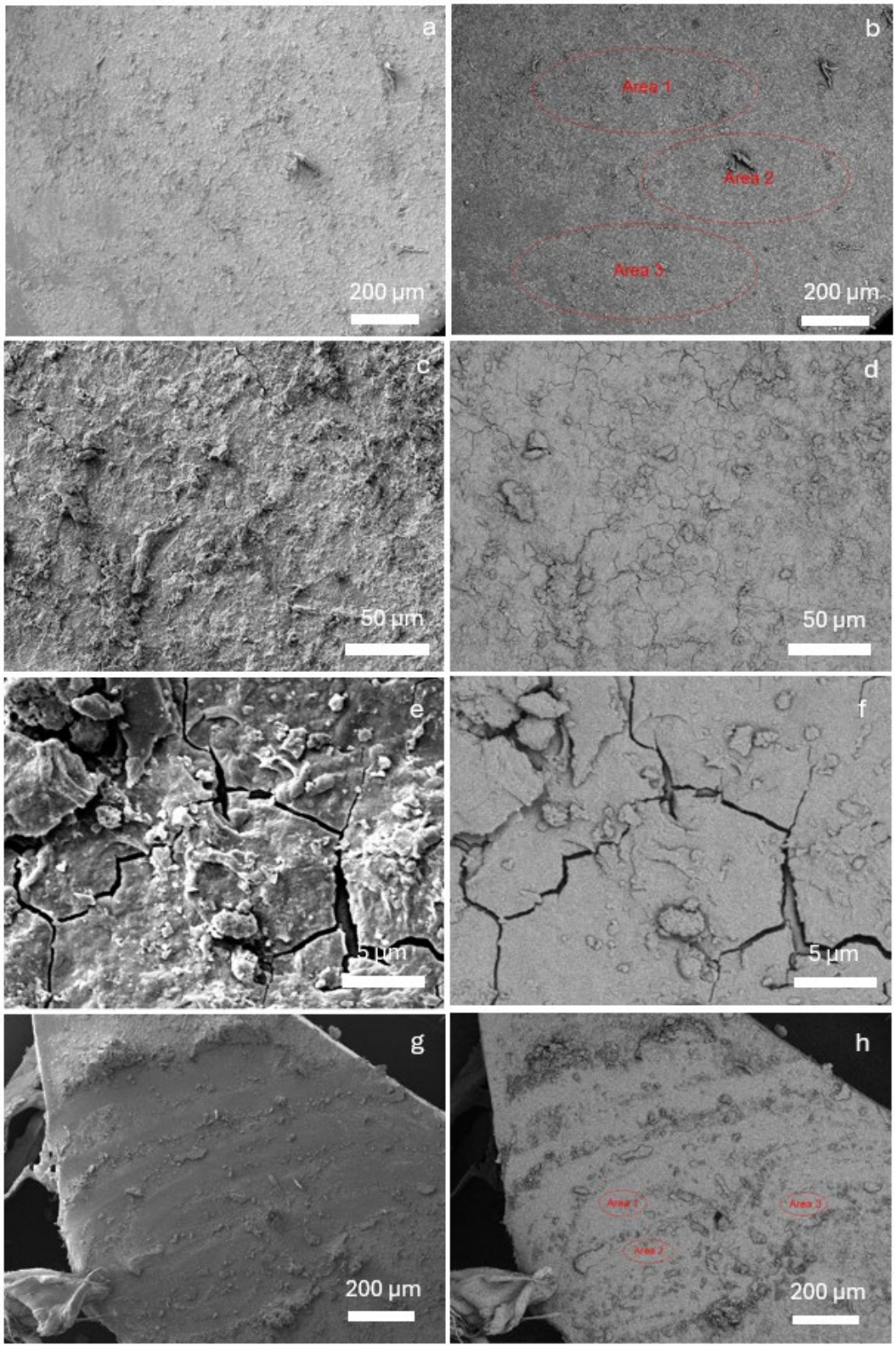
# 8.4 SEM afbeeldingen



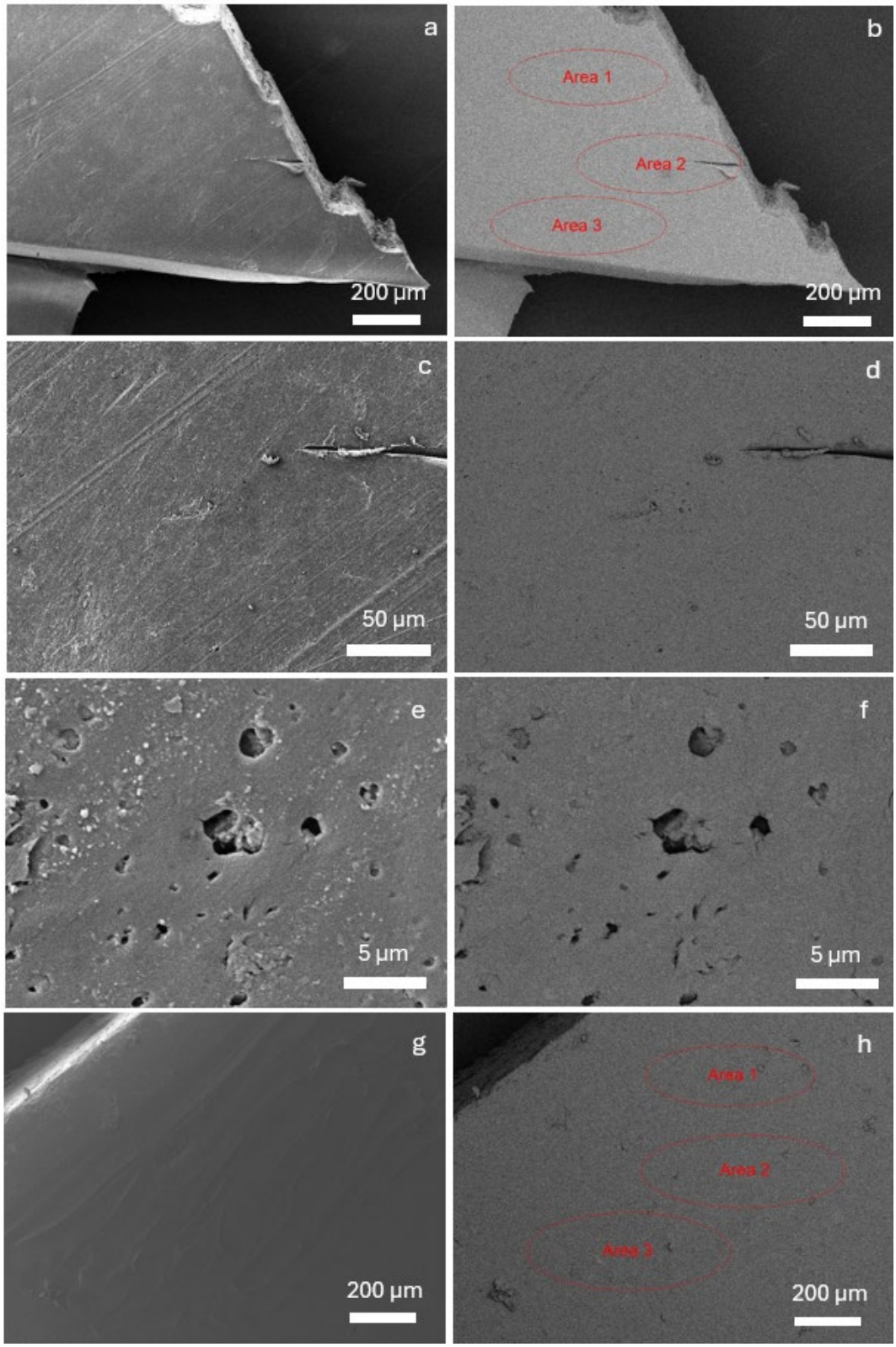

Figuur A9: OBES-binnenkant 1 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.



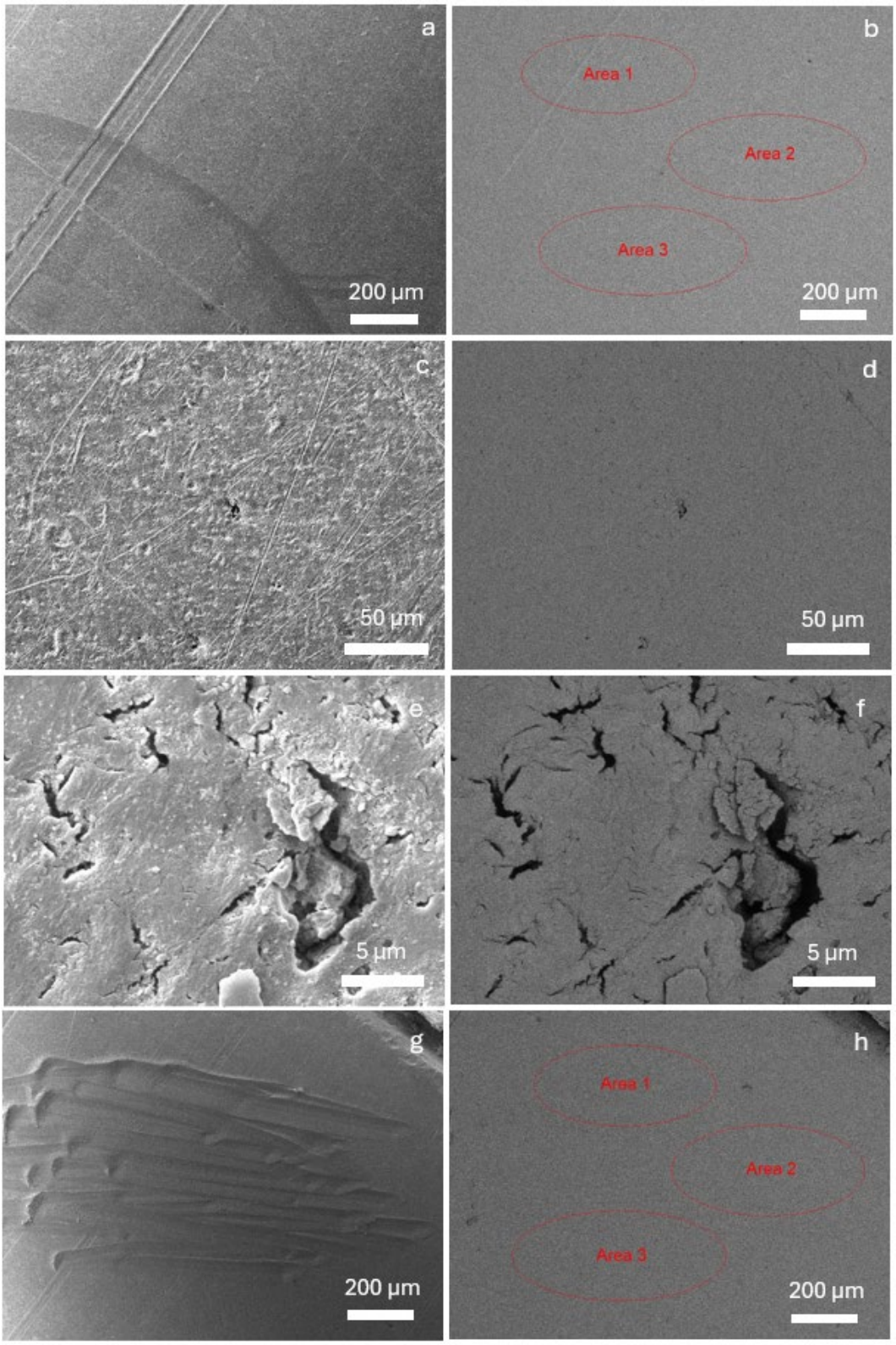

Figuur A10: OBES-binnenkant 2 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.



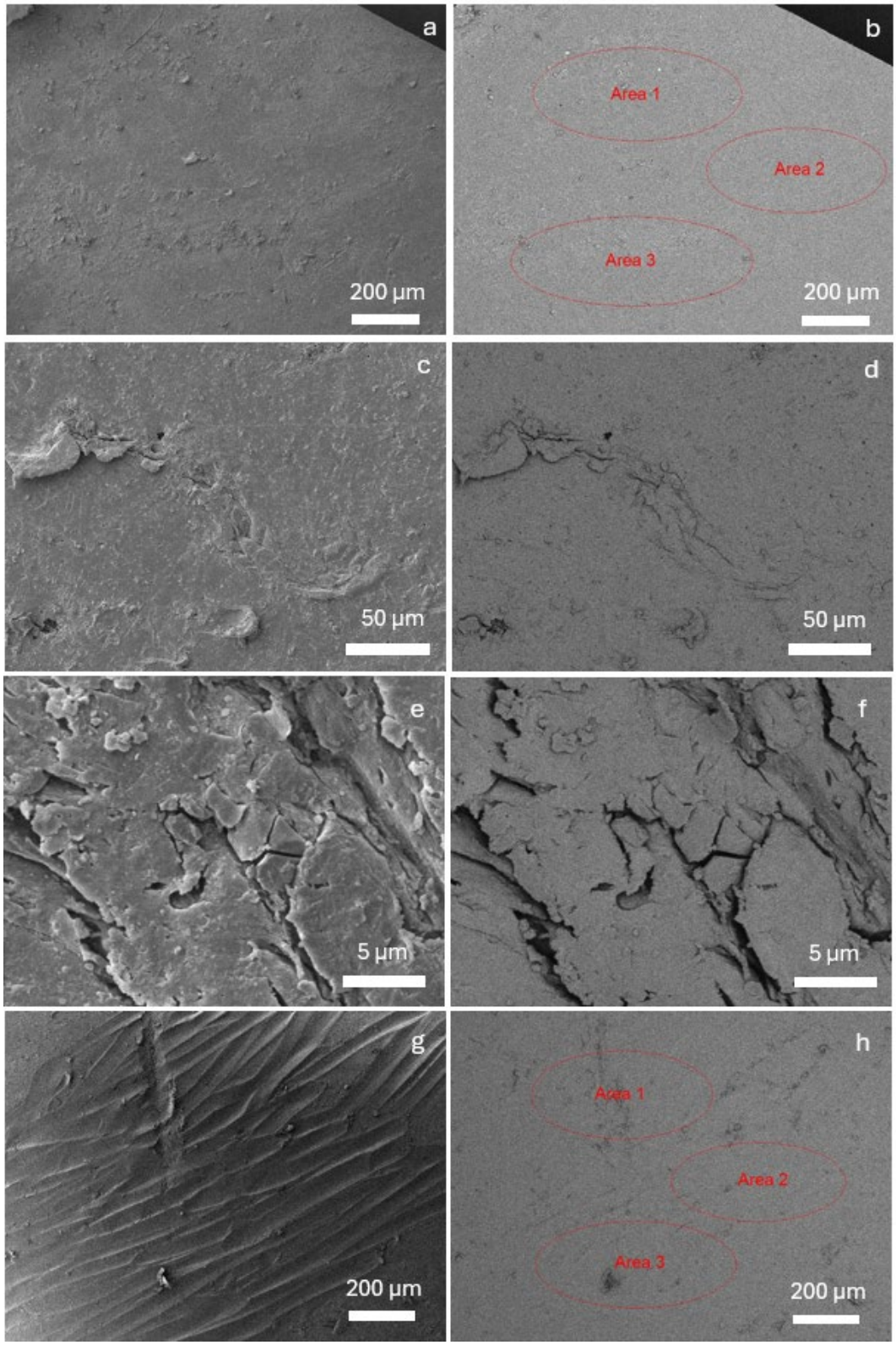

Figuur A11: OBES-binnenkant 3 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.



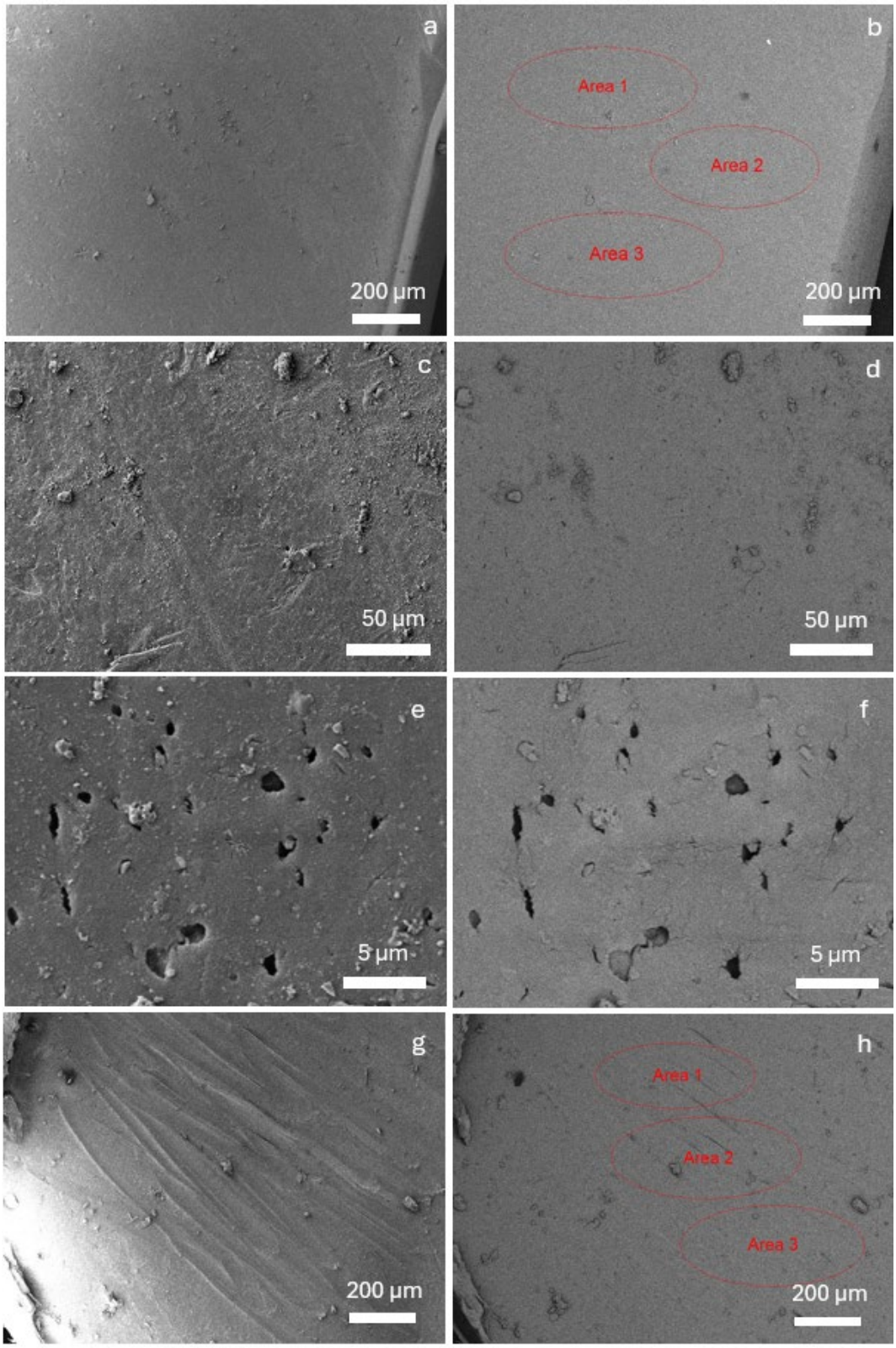

Figuur A12: OBES-binnenkant 4 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.




Figuur A23: OBES-buitenkant 2 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.




Figuur A34: OBES-buitenkant 3 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.




Figuur A45: OBES-buitenkant 4 met a: SE 200x 5kV, b: BSE 200x 15kV, c: SE 1kx 5kV, d: BSE 1kx 5kV, e: SE 10kx 5kV, f: BSE 10kx 5kV, g: SE 200x 5kV, h: BSE 200x 5kV.

# 8.5 Gemiddelde elementensamenstelling

Tabel A4: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES nieuw binnenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 1 geschraapt 1 5kV | 51.2 | 4.9 | <0.5 | 43.8 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 1 geschraapt 2 5kV | 50.7 | 4.2 | <0.5 | 45.0 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 1 geschraapt 3 5kV | 51.4 | 4.7 | <0.5 | 43.9 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **51.1** | **4.6** | **<0.5** | **44.3** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **0.7** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A5: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES nieuw binnenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 1 niet geschraapt 1 | 48.3 | 1.6 | <0.5 | 48.5 | <0.5 | 1.6 | <0.5 |
| binnenkant 1 niet geschraapt 2 | 46.1 | 2.0 | <0.5 | 50.1 | <0.5 | 1.7 | <0.5 |
| binnenkant 1 niet geschraapt 3 | 48.3 | 1.5 | <0.5 | 48.3 | <0.5 | 1.9 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **47.6** | **1.7** | **<0.5** | **49.0** | **<0.5** | **1.8** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **1.3** | **<0.5** | **<0.5** | **1.0** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A6: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud boven binnenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 2 geschraapt 1 5kV | 47.8 | 6.3 | <0.5 | 40.7 | <0.5 | 5.2 | <0.5 |
| binnenkant 2 geschraapt 2 5kV | 52.7 | 5.2 | <0.5 | 42.1 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 2 geschraapt 3 5kV | 52.3 | 7.2 | <0.5 | 40.4 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **51.0** | **6.3** | **<0.5** | **41.1** | **<0.5** | **1.7** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **2.7** | **1.0** | **<0.5** | **0.9** | **<0.5** | **3.0** | **<0.5** |

Tabel A7: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud boven binnenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 2 niet geschraapt 1 | 57.0 | 2.0 | <0.5 | 40.3 | <0.5 | 0.7 | <0.5 |
| binnenkant 2 niet geschraapt 2 | 55.9 | 7.3 | <0.5 | 35.3 | <0.5 | 0.8 | 0.7 |
| binnenkant 2 niet geschraapt 3 | 57.3 | 3.3 | <0.5 | 38.8 | <0.5 | 0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **56.7** | **4.2** | **<0.5** | **38.2** | **<0.5** | **0.7** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **0.8** | **2.8** | **<0.5** | **2.6** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A8: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud midden binnenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 3 geschraapt 5kV 1 | 56.9 | 8.4 | <0.5 | 34.7 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 3 geschraapt 5kV 2 | 54.0 | 9.8 | <0.5 | 36.1 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 3 geschraapt 5kV 3 | 47.4 | 25.3 | <0.5 | 22.5 | <0.5 | <0.5 | 4.8 |
| **Gemiddelde:** | **52.8** | **14.5** | **<0.5** | **31.1** | **<0.5** | **<0.5** | **1.6** |
| **Sigma:** | **4.9** | **9.4** | **<0.5** | **7.5** | **<0.5** | **<0.5** | **2.7** |

Tabel A9: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud midden binnenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 3 niet geschraapt 1 | 31.9 | 33.0 | 1.1 | 16.2 | <0.5 | 2.0 | 15.4 |
| binnenkant 3 niet geschraapt 2 | 34.7 | 30.1 | <0.5 | 19.6 | <0.5 | 1.6 | 13.7 |
| binnenkant 3 niet geschraapt 3 | 36.5 | 28.0 | <0.5 | 21.1 | <0.5 | 1.3 | 12.9 |
| **Gemiddelde:** | **34.4** | **30.4** | **0.5** | **19.0** | **<0.5** | **1.6** | **14.0** |
| **Sigma:** | **2.3** | **2.5** | **0.5** | **2.5** | **<0.5** | **<0.5** | **1.3** |

Tabel A10: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud beneden binnenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 4 geschraapt 3 5kV | 47.2 | 3.9 | <0.5 | 49.0 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 4 geschraapt 2 5kV | 47.6 | 3.7 | <0.5 | 48.7 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| binnenkant 4 geschraapt 1 5kV | 48.1 | 3.6 | <0.5 | 48.3 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **47.6** | **3.7** | **<0.5** | **48.7** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A11: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud beneden binnenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| binnenkant 4 niet geschraapt 1 | 47.9 | 1.9 | <0.5 | 49.5 | <0.5 | 0.7 | <0.5 |
| binnenkant 4 niet geschraapt 2 | 50.3 | 2.7 | <0.5 | 46.3 | <0.5 | 0.7 | <0.5 |
| binnenkant 4 niet geschraapt 3 | 48.4 | 3.8 | <0.5 | 47.1 | <0.5 | 0.8 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **48.9** | **2.8** | **<0.5** | **47.6** | **<0.5** | **0.7** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **1.3** | **0.9** | **<0.5** | **1.6** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A22: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud boven buitenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| buitenkant 2 geschraapt 5kV 2 | 53.3 | 4.4 | <0.5 | 42.3 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| buitenkant 2 geschraapt 5kV 1 | 52.3 | 5.2 | <0.5 | 42.5 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| buitenkant 2 geschraapt 5kV 3 | 52.5 | 5.5 | <0.5 | 42.0 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **52.7** | **5.0** | **<0.5** | **42.3** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **0.5** | **0.6** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A33: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud boven buitenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| buitenkant 2 niet geschraapt 1 | 50.5 | 2.2 | <0.5 | 46.5 | <0.5 | 0.8 | <0.5 |
| buitenkant 2 niet geschraapt 2 | 50.6 | 2.3 | <0.5 | 46.4 | <0.5 | 0.7 | <0.5 |
| buitenkant 2 niet geschraapt 3 | 50.8 | 2.2 | <0.5 | 46.2 | <0.5 | 0.8 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **50.6** | **2.2** | **<0.5** | **46.3** | **<0.5** | **0.8** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A44: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud midden buitenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| buitenkant 3 geschraapt 5kV 1 | 50.5 | 7.9 | <0.5 | 41.6 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| buitenkant 3 geschraapt 5kV 2 | 48.9 | 5.0 | <0.5 | 46.1 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| buitenkant 3 geschraapt 5kV 3 | 49.0 | 6.8 | <0.5 | 44.1 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **49.5** | **6.6** | **<0.5** | **43.9** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **0.9** | **1.4** | **<0.5** | **2.2** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A55: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud midden buitenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| buitenkant 3 niet geschraapt 1 | 46.6 | 11.0 | <0.5 | 41.2 | <0.5 | <0.5 | 1.3 |
| buitenkant 3 niet geschraapt 2 | 48.6 | 6.7 | <0.5 | 43.9 | <0.5 | 0.8 | <0.5 |
| buitenkant 3 niet geschraapt 3 | 43.6 | 15.5 | <0.5 | 37.9 | <0.5 | <0.5 | 2.9 |
| **Gemiddelde:** | **46.3** | **11.1** | **<0.5** | **41.0** | **<0.5** | **<0.5** | **1.4** |
| **Sigma:** | **2.5** | **4.4** | **<0.5** | **3.0** | **<0.5** | **0.5** | **1.5** |

Tabel A66: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud beneden buitenkant geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| buitenkant 4 geschraapt 1 5kV | 49.8 | 4.0 | <0.5 | 46.2 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| buitenkant 4 geschraapt 2 5kV | 49.6 | 5.3 | <0.5 | 45.1 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| buitenkant 4 geschraapt 3 5kV | 51.4 | 5.0 | <0.5 | 43.6 | <0.5 | <0.5 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **50.3** | **4.8** | **<0.5** | **45.0** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **1.0** | **0.6** | **<0.5** | **1.3** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Tabel A77: Gemiddelde elementensamenstelling van OBES oud beneden buitenkant niet geschraapt in gewichtsprocenten, zoals bepaald middels Röntgen microanalyse.

| Codering | C | O | Si | Cl | K | Ca | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| buitenkant 4 niet geschraapt 1 | 48.7 | 4.4 | <0.5 | 45.7 | <0.5 | 1.2 | <0.5 |
| buitenkant 4 niet geschraapt 2 | 49.6 | 4.8 | <0.5 | 44.6 | <0.5 | 1.0 | <0.5 |
| buitenkant 4 niet geschraapt 3 | 48.7 | 3.5 | <0.5 | 46.8 | <0.5 | 1.1 | <0.5 |
| **Gemiddelde:** | **49.0** | **4.2** | **<0.5** | **45.7** | **<0.5** | **1.1** | **<0.5** |
| **Sigma:** | **0.5** | **0.7** | **<0.5** | **1.1** | **<0.5** | **<0.5** | **<0.5** |

Energy & Materials Transition

Princetonlaan 6
3584 CB Utrecht
www.tno.nl

TNO innovation for life