

ANALYSEMETHODEN VOOR HOUTAFVAL

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure is een nieuwe koepelprocedure.

Voor de karakterisatie van houtafval en de toetsing aan de richtwaarden voor niet-verontreinigd behandeld houtafval (cfr. art. 5.2.3bis.4.14 §1. van Vlare II) dienen verschillende parameters bepaald te worden. Deze parameters zijn arseen, koper, lood, chroom, fluor, chloor, pentachloorfenol en benzo-a-pyreen. Een beschrijving van de toe te passen analysemethoden is terug te vinden in de bestaande CMA methoden. Een overzicht van de parameters en de bijhorende referentiemeetmethoden zijn beschreven in Tabel 1. In Tabel 2 zijn alternatieve meettechnieken opgenomen.

2 MONSTERVOORBEHANDELING

Voor de bepaling van de verschillende parameters is het noodzakelijk dat het te analyseren houtmonster gehomogeniseerd en verijnd wordt om alzo juiste en reproduceerbare resultaten te bekomen. Als aandachtspunt dient opgemerkt te worden dat, indien het element Cr in het houtmonster wordt bepaald, een maalmolen moet geselecteerd worden die geen Cr contaminatie veroorzaakt. De monstervoorbehandelingsprocedure voor houtafval is beschreven in CMA/5/B.1.

3 ANALYSEMETHODEN

In Tabel 1 is een overzicht gegeven van de genormeerde parameters en de bijhorende referentiemeetmethode voor de karakterisatie van houtafval. De analyses worden steeds uitgevoerd op een gehomogeniseerd en verijnd houtmonster.

Tabel 1: Overzicht analyseparameters en referentiemeetmethoden

Parameter	Eenheid	Ontsluutingsmethode	Analysemethode ¹
Droge stof	%	-	CMA/2/II/A.1
Arseen	mg/kg ds	10g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Koper	mg/kg ds	10g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Lood	mg/kg ds	10g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Chroom	mg/kg ds	10g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Fluor	mg/kg ds	CMA/2/II/B.2 – Bomverbranding	CMA/2/I/C.1.1 - ISE
Chloor	mg/kg ds	CMA/2/II/B.2– Bomverbranding	CMA/2/I/C.3 - IC
Pentachloor- fenol	mg/kg ds	Extractie methanol/dichloormethaan	CMA/3/V
Benzo-a- pyreen	mg/kg ds	Extractie methanol/dichloormethaan	CMA/3/V

¹ ICP-AES: inductief gekoppeld plasma atoomemissiespectrometrie; ISE: ion-selectieve electrode; IC: ionenchromatografie

⁽¹⁾ Voorafgaandelijk aan de zuurdestructie wordt 10g monster verast bij 450°C gedurende 6 uur. De asrest wordt vervolgens gedestruëerd conform CMA/2/II/A.3. waarbij

CMA/2/II/A.1	Watergehalte en droogrest
CMA/2/I/B.1	Metalen met inductief gekoppeld plasma atoomemissiespectrometrie (ICP-AES)
CMA/2/I/C.3	Chloride, bromide, nitriet, nitraat, sulfaat en fosfaat met ionenchromatografie
CMA/2/II/A.3	Gesloten en semi-open microgolfoven destructiemethode met salpeterzuur, zoutzuur en waterstoffluoride
CMA/2/II/B.2	Zuurstofverbranding in gesloten bom
CMA/2/I/C.1.1	Bepaling van fluoride na destillatie en meting met ion-selectieve electrode
CMA/3/V	Bepaling van pentachloorfenol en benzo(a)pyreen in houtafval

In Tabel 2 zijn alternatieve analysetechnieken opgenomen.

Tabel 2: Overzicht alternatieve meetmethoden

Parameter	Eenheid	Analysemethode ²
Arseen	mg/kg ds	CMA/2/I/B.2 - AAS
Koper	mg/kg ds	CMA/2/I/B.2 - AAS
Lood	mg/kg ds	CMA/2/I/B.2 - AAS
Chroom	mg/kg ds	CMA/2/I/B.2 - AAS
Fluor	mg/kg ds	CMA/2/I/C.1.2 – FA CMA/2/I/C.3 – IC
Chloor	mg/kg ds	NBN EN ISO 15682:2001 ⁽¹⁾ ISO 9297:1989 ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Bij doorstroomanalyse en titrimetrie dient echter opgemerkt te worden dat naast Cl ook Br wordt gedetecteerd. Deze analytische bepalingen omvatten dus een totaal halogeen bepaling en geen afzonderlijk bepaling van Cl en Br.

waarbij

CMA/2/II/B.2	Metalen door atoomabsorptiespectrometrie (ET-AAS)
CMA/2/I/C.1.2	Fotometrische bepaling van fluoride in water mbv een doorstroomanalysesysteem (SFA)
NBN EN ISO 15682:2001	Water quality - Determination of chloride by flow analysis (CFA and FIA) and photometric or potentiometric detection (ISO 15682:2000)
ISO 9297:1989	Water quality – Determination of chloride – Silver nitrate titration with chromate indicator (Mohr's method)

Volgende aandachtspunten dienen in acht genomen te worden bij het uitvoeren van de analyses:

- Bepaling van **metalen**: Op basis van experimentele testen wordt de HF:HNO₃:HCl destructiemethode na voorafgaandelijk verassing van ± 10 g monster weerhouden als de referentiemethode omwille van volgende redenen:
 - Uniformiteit van destructiemethoden wordt behouden bij toepassing van HF:HNO₃:HCl destructie
 - Voorafgaandelijke verassing van het monster aan de destructie resulteert in een verlaging van de bepalinglimiet voor As met factor 20.
 - Houtmonsters kunnen vrij heterogeen zijn waardoor regelmatig uitschieters in de resultaten worden bekomen. Door een grotere monsterhoeveelheid (10g) in bewerking te nemen, wordt de invloed van de heterogeniteit meer ondervangen.
 - Voorafgaandelijk verassing van het monster aan de destructie resulteert in een heldere destructie-oplossing wat de analyse vereenvoudigt.
- Bepaling van **fluor** en **chloor**: Als aandachtspunten bij de bepaling dient te worden opgemerkt dat voldoende monster (± 1g) wordt gedestruëerd enerzijds om een lage bepalinglimiet te bekomen

² AAS: atoomabsorptiespectrometrie; FA: flow analyzer

en anderzijds om de analytische meetfout te reduceren. Bovendien worden bij de analyse van F in houtmonsters regelmatig uitschieters gedetecteerd omwille van de heterogene verdeling van F in houtmonsters. Bijgevolg is het aangewezen om duplo analyses voor de F bepaling uit te voeren om alzo een representatieve meetwaarde te bekomen.

Informatief worden de laagste te toetsen richtwaarden van de samenstellingsvoorwaarden van niet-verontreinigd houtafval weergegeven met de bijhorende bepalingsgrens rekening houdend met de uitgevoerde destructie/extractie- en analysetechniek.

Parameter	Norm (mg/kg ds)	Ontsluitingsgewicht (g)	Eindvolume (ml)	Analysetechniek	Bepalingsgrens ⁽¹⁾ (mg/kg ds)
As	2	10 g	100	ICP-AES	0.20
Cu	20	10 g	100	ICP-AES	0.03
Pb	90	10 g	100	ICP-AES	0.26
Cr	30	10 g	100	ICP-AES	0.06
F	30	1 g	100	ISE/FA	10
Cl	600	0.5 g	100	IC	200
PCP	3	1 g		GC-MS	0.02
Benzo(a)pyrenen	0.5	1 g		GC-MS	0.02

⁽¹⁾ De bepalingsgrens voor de metaalconcentraties zijn deze zoals bepaald in het Vito rapport 2004/MIM/R/71 *Prestatiekenmerken Vlarebo parameters*.