

# VERKLEINEN MONSTERGROOTTE EN DEELMONSTERNAME

## 1 INLEIDING

Bij de meeste analytische technieken kunnen slechts kleine testporties geanalyseerd worden. De hoeveelheid laboratoriummonster dient daarom dikwijls beperkt of verdeeld te worden in één of meerdere representatieve test- of analyseporties.

Wanneer men de monstergrootte verkleint, moet men steeds rekening houden met de hoeveelheid materiaal die geanalyseerd dient te worden, de grootte van het laboratoriummonster, de deeltjesgrootte en de homogeniteit.

Als het staal niet homogeen genoeg is, of als de deeltjesgrootte te grof is, kan er geen representatief deelmonster genomen worden. Om een representatieve deelmonsterneming of verdeling mogelijk te maken, is het noodzakelijk dat in het analysemonster voldoende materiaal aanwezig is. Bij een te kleine monstergrootte kunnen de verschillende deeltjes in het oorspronkelijke (laboratorium)monster onvoldoende vertegenwoordigd zijn in de uiteindelijke analyseportie. Hierdoor kan een variatie in de samenstelling geïntroduceerd worden, welke niet representatief is voor het oorspronkelijke monster. Om redenen van representativiteit is het daarom belangrijk om de minimale hoeveelheid van het monster in relatie tot de korrelgrootte steeds te respecteren.

Voor materialen waarvan bekend is, of vermoed wordt dat ze een heterogene samenstelling bezitten, wordt in CMA/5/A.9 een richtlijn gegeven in verband met de te hanteren monstergrootte bij de monsterveroorbehandling.

## 2 TECHNIKEN VOOR VERKLEINEN MONSTERGROOTTE

Vanuit kwalitatief oogpunt verdient roterend verdelen de voorkeur boven statisch verdelen, welke op zich de voorkeur krijgt boven de kwarteermethode. Bij het verdelen met een roterende spleetverdeler is het mogelijk is in één verdeelstap zes of meer deelstalen te bekomen waardoor een relatief sterke verkleining van de monstergrootte kan worden gerealiseerd. Een statische spleetverdeler daarentegen, maakt slechts twee deelmonsters van gelijke grootte.

Indien het materiaal geen cohesieve eigenschappen bezit, en een vrije materiaalstroom mogelijk is, gaat de voorkeur bij het verkleinen van de monstergrootte dan ook uit naar roterend verdelen. Hiervoor kan het noodzakelijk zijn dat het materiaal eerst gedroogd moet worden. Nadeel van het roterend verdelen is dat het relatief veel tijd kost. Voor veldvochtige laboratoriummonsters is het statisch spleetverdelen aangewezen terwijl bij zeer sterk cohesieve materialen kwarteren de beste resultaten geeft.

### 2.1 Roterend verdelen

Roterend verdelen is uitvoerbaar als het laboratoriummonster (nagenoeg) geen cohesief gedrag vertoont. Hiervoor is het meestal noodzakelijk het monster te drogen.

Bij deze techniek wordt een gelijkmatige materiaalstroom van het te verdelen monster in de opening van de verdeler gebracht. Als hulpmiddel voor een gelijkmatige materiaalvoer wordt meestal een trilgoot gebruikt. De spleetbreedte van de invoer moet minstens 3 keer groter zijn dan de maximale korrelgrootte van het materiaal. Door het ronddraaien van een vast aantal opvangpotten wordt het monster verdeeld in een aantal gelijke deelmonsters. Afhankelijk van de te bereiken eindgrootte van het deelmonster en het aantal opvangpotten waarover het toestel verdeelt (meestal 4, 6 of 8), kunnen na een verdeelstap eventueel twee of meerdere deelmonsters worden samengevoegd. De overige deelmonsters worden afgevoerd. Indien nodig kan het verkregen deelmonster opnieuw worden verdeeld tot een deelmonster van de gewenste grootte is verkregen.

Een andere manier van roterend verdelen is door middel van een variabele (vooraf ingestelde) spleetopening met een rondraaiende materiaalstroom. Op deze manier wordt een relatief klein deel (of eventueel meerdere delen) afgescheiden van het bulkmateriaal. Ook hier kan het verkregen deelmonster, indien noodzakelijk, opnieuw roterend verdeeld worden tot op de gewenste monstergrootte. Op deze manier wordt een relatief klein deel van het oorspronkelijke monster afgescheiden van de bulk. Het verkregen deelmonster moet, indien noodzakelijk, opnieuw roterend worden verdeeld totdat een deelmonster van de gewenste grootte is verkregen.

Des te meer omwentelingen de roterende verdeler maakt tijdens het verdelen, des te groter de representativiteit van het (de) deelmonster(s). Indien de draaisnelheid niet instelbaar is, wordt de materiaalvoer best afgestemd aan de standaard draaisnelheid van het toestel door de frequentie van de trilgoot aan te passen.

Voor een gelijkmatige materiaalstroom is de werkwijze als volgt.

- Het monster wordt via een trilgoot als een gelijkmatige materiaalstroom in de opening van de verdeler gebracht.
- Regel de invoersnelheid zo dat er een gelijkmatige materiaalstroom in de verdeler komt en dat het aantal omwentelingen van de verdeler in de periode dat het monster wordt verdeeld, groot is.
- Controleer na afloop of de verdeler en de materiaalvoer volledig leeg zijn. Indien dit niet het geval is, worden ze verder leeggemaakt door, terwijl de verdeler doordraait, tegen de diverse onderdelen te tikken.
- Na het verdelen worden één of meer van de deelmonsters verzameld en de overige deelmonsters worden verwijderd.
- De verkregen deelmonsters worden (indien noodzakelijk) opnieuw verdeeld tot een deelstaal van de gewenste grootte is verkregen.
- Maak na afloop de verdeler stofvrij.

## **2.2 Statisch spleetverdelen**

Statisch spleetverdelen wordt toegepast op 'veldvochtige' laboratoriummonsters. In deze gevallen kan het roterend verdelen immers niet gebruikt worden om een goede representativiteit te bekomen.

Bij statisch spleetverdelen wordt het laboratorium monster verdeeld in twee even grote deelmonsters door het te spreiden over een verdeler met voldoende spleten (minimaal 6). Eén van de twee deelmonsters wordt verwijderd, het andere deelmonster moet indien nodig opnieuw op dezelfde manier worden verdeeld totdat een deelmonster van de gewenste grootte bereikt wordt. De spleetverdeler (of riffelverdeler) moet een spleetbreedte hebben die tenminste 3 keer groter is dan de grootste van de te verdelen korrels.

De werkwijze is als volgt.

- Controleer of de spleetbreedte van de verdeler ten minste een factor drie groter is dan de maximale korrelgrootte.
- Voer het monster gelijkmatig in over de gehele breedte van de spleetverdeler en verdeel het in twee even grote deelmonsters.
- Controleer na afloop of de verdeler volledig leeg is.
- Indien dit niet het geval is moet het restant worden losgemaakt door tegen de verdeler te tikken en moet dit restant verder verdeeld worden.
- Eén van de twee op deze wijze verkregen deelmonsters wordt afgevoerd, het andere wordt (indien nodig) opnieuw verdeeld.
- Dit proces wordt herhaald tot een deelmonster van de gewenste grootte is verkregen.
- Maak de verdeler zorgvuldig stofvrij.

## **2.3 KWARTEREN**

Kwarteren wordt toegepast wanneer de monsterhoeveelheid groter is dan 20 kg, indien roterend verdelen en statisch spleetverdelen niet kan gebruikt worden en/of wanneer door de aard van het

materiaal geen representatieve verdeling kan bereikt worden (bijvoorbeeld omwille van het vochtgehalte).

De werkwijze is als volgt.

- Roer het staal zo goed mogelijk dooreen op een vlakke, inerte en schone ondergrond en spreid het vervolgens uit tot een cirkel of vierkant met een kleine laagdikte.
- Verdeel met een schepje of spatel het monster in vier gelijke kwarten.
- Verwijder voorzichtig twee tegenoverliggende kwarten.
- Let hierbij op dat ook de fijnste korrels worden verwijderd.
- Voer deze twee kwarten af.
- Spreid het resterende materiaal (eerste deelmonster) weer uit in een cirkel of vierkant met een kleine laagdikte en neem opnieuw door kwarteren een deelmonster.
- Dit proces wordt herhaald tot een deelmonster van gewenste grootte is verkregen.

### **3 DEELMONSTERNEMING**

#### **3.1 Handmatige deelmonsterneming**

Als een monster goed gehomogeniseerd is en de deeltjesgrootte voldoende klein ( $< 1000 \mu\text{m}$ ) is, mag een deelmonster handmatig genomen worden (bijvoorbeeld materiaal verkleind met kogelmolen, mortiermolen). Het materiaal wordt eerst met een spatel goed doorgeroerd, waarna representatieve deelmonsters kunnen genomen worden van de juiste grootte voor de diverse analyses. Indien de 2 randvoorwaarden niet worden ingevuld, is het deelmonster niet representatief voor het originele laboratoriummonster.

#### **3.2 Steekmonsterneming**

Steekmonsterneming is een monsternemingsmethode waarbij een representatief deelmonster wordt verkregen door het nemen van een aantal steekmonsters uit het gehele laboratoriummonster. De methodiek van steekmonsterneming wordt alleen toegepast indien de aard van de te analyseren stof dit noodzakelijk maakt (bijvoorbeeld vluchtigheid) of indien de spreiding van de concentratie in het monster min of meer kan worden voorspeld (bijvoorbeeld droogrest).

##### **3.2.1 Deelmonsterneming voor de bepaling van vluchtige stoffen in bodem en in niet-vormgegeven afvalstoffen**

Deelmonsterneming voor de bepaling van vluchtige stoffen dient zonder voorafgaande voorbehandeling uitgevoerd te worden door middel van steekmonsters. De tijd tussen het uit de koeling halen en het nemen van een deelmonster moet zo kort mogelijk zijn.

Voor de bepaling van vluchtige organische stoffen worden, verdeeld over het gehele mengmonster, door middel van steken, analysemonsters genomen van de voor de analyse voorgeschreven grootte. Indien voor de uitvoering van een bepaling meerdere analysemonsters genomen worden dan worden deze niet gemengd.

Aan de analysemonsters wordt onmiddellijk extractie- of destructiemiddel toegevoegd. Hierna worden de monsters zo snel mogelijk, doch uiterlijk binnen 24 uur, individueel verder opgewerkt ofwel na het maken van een mengextract.

Om een zo kwantitatief mogelijke terugvinding te bekomen van de vluchtige organische verbindingen worden best reeds te velde deelmonsters genomen. Dit gebeurt met behulp van een steekboor en de deelmonsters worden daarna onmiddellijk gesuspendeerd in vooraf getarreeerde monsterflesjes waarin zich een bepaalde hoeveelheid methanol bevindt. Dergelijke stalen zijn veel langer houdbaar dan niet in methanol gesuspendeerde stalen.

De werkwijze voor het nemen van deelmonsters op terrein is als volgt.

- Vooraf gewogen (tarra) 40 ml vials voorzien van een schroefdop met teflon septum (de vials zijn vooraf gevuld met 10 ml "purge and trap grade" methanol).
- Plastiek spuit van 10 ml.
- Schaar of scherp mes.
- Trek de plunjer in de spuit op tot aan de 10 ml maatstreep.
- Snijd het onderste deel van de spuit tussen de 0-2 ml
- Steek de spuit in de bodem zodat ze gevuld is met 8 tot 10 ml staal (dit komt overeen met ongeveer 10 g).
- Bepaal hiervan de massa (bruto).
- Verwijder de schroefdop van een 40 ml vial en breng de bodem erin door de plunjer in te drukken.
- Probeer verliezen van de in de spuit aanwezige methanol te vermijden.
- Sluit de vial en schud handmatig krachtig gedurende 30 seconden.
- Verwijder de gebruikte spuit en neem een nieuwe voor een volgend staal.
- Neem ook steeds een blancomonster mee door in situ een vial te openen en weer te sluiten.

### **3.2.2 Deelmonsterneming voor de bepaling van vluchtige stoffen in vormgegeven afvalstoffen**

Deze monstervoorbehandeling wordt enkel uitgevoerd wanneer verwacht wordt dat er relatief hoge concentraties aan vluchtige stoffen aanwezig zijn.

Eerst moet een verkleining uitgevoerd worden. Omdat dit echter niet mogelijk is zonder dat daarbij aanzienlijke verliezen optreden aan vluchtige componenten, is een goede kwantitatieve analyse in een vormgegeven bouwstof niet mogelijk. Het is zelfs zo dat wanneer de componenten in een lage concentratie aanwezig zijn, er helemaal geen of vrijwel geen vluchtige organische stoffen meer aangetroffen worden. Daarom wordt deze parameter normaal gesproken niet bepaald in vormgegeven materialen.

Wanneer echter hoge concentraties verwacht worden (bijvoorbeeld door een verontreiniging), is het wel interessant de analyse uit te voeren. Er moet evenwel altijd verondersteld worden dat het bekomen resultaat een onderschatting van de werkelijke waarde is.

Ten behoeve van het bepalen van vluchtige organische stoffen wordt van de vormgegeven bouwstof één stuk afgenomen ter grootte van de voor de analyse noodzakelijke hoeveelheid materiaal. Het verkregen deelmonster wordt dan direct manueel verkleind. Deze manuele verkleining beperkt zich tot een deeltjesgrootte van maximaal 1 cm om langdurige blootstelling van de bouwstof aan de lucht te voorkomen. De gewenste verkleining kan op efficiënte wijze plaatsvinden door de bouwstof in een doek te wikkelen en er met een zware hamer op te slaan.

Direct na het verkleinen wordt het extractiemiddel toegevoegd. De extractie-efficiëntie kan door de beperkte verkleining echter nadelig worden beïnvloed.

### **3.2.3 Volgorde van deelmonstername voor bodem en niet vormgegeven afvalstoffen**

Voor "homogene" vaste monsters wordt de volgende werkwijze van deelmonstername voorgesteld:

- maximaal 2 steken voor de VOC bepaling;
- meer dan 6 steken voor matig vluchtige componenten, gevolgd door chemische droging (met als alternatief lyofilisatie) en homogenisatie;
- enkele steken voor de anorganische parameters, gevolgd door thermische droging en vermaling;
- enkele steken voor droge stofbepaling.

Er dienen wel enkele opmerkingen gegeven te worden:

- De grootte van de steekboor is afhankelijk van de grootte van het monster en van de te nemen hoeveelheid deelmonster en het aantal steken hangt af van de te nemen hoeveelheid deelmonster.
- Van sediment- en slibstalen wordt vooraf het bovenstaande water gedecanteerd; homogenisatie gebeurt met behulp van een mixer, een keukenrobot of door schudden; deelmonstername gebeurt met behulp van een lepel of ander schepinstrument.

Voor "heterogene" vaste monsters gelden volgende afspraken :

- Bij bodemstalen worden de delen groter dan 5mm verwijderd.
- Voor afvalstalen dient in functie van de aard van de afvalstof en de te analyseren parameter geoordeeld te worden:
- of een representatief deelmonster wordt samengesteld uitgaande van delen van de verschillende fracties.
- of het geheel cryogeen wordt vermalen.
- of alleen de relevante fracties worden gemeten.

Wat de gevolgde werkwijze ook is, ze moet in elk geval duidelijk vermeld worden op het rapport.

### **3.3 Deelmonsterneming en monsterverorbehandling voor uitloogonderzoek op vormgegeven afvalstoffen**

Voor het uitvoeren van uitloogonderzoek op vormgegeven afvalstoffen heeft men tenminste 3 proefstukken nodig waarvan structuur, homogeniteit en samenstelling representatief zijn voor het te onderzoeken materiaal. Een proefstuk kan bijvoorbeeld een exemplaar van een origineel bouwelement zijn (baksteen) of een standaard proefstuk (bv. Marshall-tablet). Het proefstuk wordt hier gelijkgesteld aan een analysemonster of –portie.

Van de drie proefstukken moeten er twee voldoen aan de afmetingseisen voor diffusie-onderzoek. Eén proefstuk wordt gebruikt voor de diffusie-uitloging; een tweede wordt voorbehouden voor eventueel aanvullend onderzoek. Het derde wordt in zijn geheel gebroken en fijngemalen tot <125µm, en is bestemd voor uitvoering van de beschikbaarheidsproef (als onderdeel van de diffusieproef).

In het algemeen gebruikt men best een volledig onderdeel van het vormgegeven materiaal, zonder onnodig verzagen. Dit kan bijvoorbeeld een volledig bouwelement zijn, of een standaard proefstuk welke op laboratoriumschaal worden aangemaakt voor bouwtechnische proeven.

De 3 eisen, die aan een proefstuk voor de diffusieproef gesteld worden, zijn:

- kleinste afmeting van het proefstuk moet groter zijn dan 40 mm
- regelmatig, eenduidig te bepalen geometrisch oppervlak bezitten
- het oppervlak dat in de diffusietest blootgesteld wordt, moet tenminste 75 cm<sup>2</sup> bedragen.

De ondergrens van 40 mm moet voorkomen dat, tijdens de diffusieproef, de uitloging afneemt vanwege uitputting van bepaalde componenten. Uitputting van zeer mobiele componenten wordt voorkomen door het proefstuk groter te nemen dan de ondergrens van 40mm. Om praktische problemen bij de uitvoering van de uitloogproeven te voorkomen, wordt aanbevolen om een bovengrens van 300 mm aan te houden voor de grootste afmeting (betonmetselwerkblok, type snelbouw).

Bij proefstukken die niet aan eerste 2 eisen voldoen, kunnen één of meerdere delen van het oppervlak afgedekt worden. Het gedeeltelijk afdekken geldt ook wanneer proefstukken uit grote, ruwe materiaalstukken moeten worden bekomen. Het materiaal kan, in dat geval, in afmeting verkleind worden door boren of verzagen (bv. boorkern uit een wegdek). De zijden die zijn gevormd door het zagen of boren, kunnen een andere mate van uitloging vertonen dan de niet-bewerkte oppervlakken.

Voorbeelden van materialen waarbij meestal niet het gehele buitenoppervlak duidelijk en eenduidig te bepalen is, zijn grove slakken en keien. Vaak kunnen uit een representatief laboratoriummonster één of meerdere proefstukken geselecteerd worden, waarvan grote delen een goed meetkundig bepaalbaar oppervlak hebben.

Het is aangeraden bij het boren of zagen zo weinig mogelijk water te gebruiken, aangezien de uitloging dan vroegtijdig geïnitieerd wordt. Stofdeeltjes kunnen met een lucht- of stikstofstroom voorzichtig weggeblazen worden. Bij een aantal materialen (bv. bepaalde metaalslakken) is gebleken dat de diffusie niet of nauwelijks verschilt met de diffusie van het niet-bewerkte oppervlak. In die gevallen kunnen ook geboorde of gezaagde oppervlakken bij de bepaling van de diffusie worden betrokken.

In praktijk worden de delen van het proefstuk

- waarvan het geometrisch oppervlak niet eenduidig te bepalen is, of
- dat ontstaan is als snij-, boor- of zaagvlak, of
- dat dunner is dan 40 mm (bv. tegels),

afgedekt of opgevuld met acrylaathars. De acrylaathars sluit de delen van het materiaal, die niet aan het diffusieproces mogen deelnemen, af. De acrylaathars heeft geen storende invloed op het diffusieproces (de te volgen componenten worden niet vertraagd of geabsorbeerd door het acrylaathars).

De uitgevoerde voorbehandeling van vormgegeven materialen (zagen, afdekken ed) wordt steeds vermeld op het rapport.