

MESTSTOF - BODEMVERBETEREND MIDDEL

ontwerp

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/5/B.1 van oktober 2009. Deze methode beschrijft de voorbehandeling van materialen die in of als meststof of bodemverbeterend middel worden gebruikt zoals compost, digestaten, aanverwante input- en outputstromen van de verwerking van organisch biologisch afval (OBA), zuiveringsslib. Deze procedure is van toepassing voor de bepaling van parameters beschreven onder paragraaf 4 *Homogeen maken van het laboratoriummonster*. De methode volgt op de procedure rond monsterneming van vaste materialen CMA/1/A.15, vloeistoffen CMA/1/A.16, pasteuze materialen CMA/1/A.17 en monstervoorbehandeling ter plaatse CMA/1/A.18.

2 ALGEMENE OPMERKINGEN

De bereiding van de analysemonsters uit het laboratoriummonster is een opeenvolging van bewerkingen zodanig uitgevoerd dat de kleinste afgewogen hoeveelheden, voorgeschreven in de analysemethoden, representatief zijn voor het laboratoriummonster.

De algemene situering, de definities, overzichtsschema en de referenties worden in procedure CMA/5/A.1 toegelicht. De verschillende monstervoorbehandelingen worden in afzonderlijke procedures toegelicht namelijk homogeniseren (CMA/5/A.2), drogen (CMA/5/A.4), verkleinen deeltjesgrootte (CMA/5/A.5) en verkleinen van de monstergrootte en deelmonsternamen (CMA/5/A.6). De procedure CMA/5/A.7 beschrijft de apparaten en technieken die men kan gebruiken voor de opeenvolgende handelingen.

Na ontvangst van het monster in het laboratorium, is het aanbevolen zo spoedig mogelijk met de analyses te beginnen, vooral wat de bepalingen van het vocht, de ammonium- en de nitraatstikstof betreft. Indien niet onmiddellijk met de uitvoering kan gestart worden, dient het monster in een luchtdicht recipiënt in een koelkamer bij 1 tot 5°C bewaard te worden.

Tijdens de verschillende analysestappen dient men aandacht te besteden aan het risico op contaminatie, vooral bij de bepaling van zware metalen. Ter beperking van het algemeen contaminatierisico dient te worden gewerkt in een stofvrije atmosfeer met uiterst propere apparatuur en zorgvuldig gewassen glaswerk.

Voor de bepaling van de organische parameters dient een afzonderlijk glazen recipiënt van 1 liter voorzien te worden.

3 INDELING VAN DE DIVERSE MATRICES

Het aanbod aan types materialen die in of als meststof of bodemverbeterend middel kunnen worden gebruikt, is zeer divers. Deze kunnen zowel vloeibaar, pasteus als vast zijn waardoor de monstervoorbehandeling dient gedifferentieerd te worden ifv het matrixtype.

Voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling worden volgende 3 matrixtypes onderscheiden:

- Vaste monsters: deze monsters hebben een geschat droge stof gehalte van minstens 30%. Voorbeelden zijn groencompost, gft-compost (al dan niet van vergisting), gedroogd digestaat, OBA-mest, energiegewassen, vaste OBA, biothermisch gedroogde mest, gedeeltelijk gedroogd digestaat;
- Pasteuze monsters: deze monsters hebben een geschat droge stof gehalte tussen 15 en 30%. Voorbeelden zijn zuiveringsslib, OBA-mix, diverse organisch-biologische afvalstoffen, dikke fractie digestaat;
- Vloeibare monsters: deze monsters hebben een geschat droge stof gehalte van minder dan 15%. Voorbeelden zijn vloeibare dierlijke mest, zuiveringsslib, ruw digestaat, dunne fractie digestaat, effluenten na biologie, spuistroom (overtollig voedingsmedium), ammoniumsulfatoplossing, concentraat.

Het indelen van het geleverde laboratoriummonster in het betreffende matrixtype en de daarbij horende monstervoorbehandeling kan uitgevoerd worden op basis van het geschatte droge stof gehalte in combinatie met een visuele beoordeling. De fysische toestand op basis van de visuele waarneming is echter determinerend.

Opm. Bv. inputstromen van de verwerking van OBA kunnen een organische matrix hebben met een droge stofgehalte van meer dan 40%, terwijl deze visueel als vloeibaar worden beoordeeld (Figuur 12, Figuur 13). Dit type monster dient als een vloeibaar monster voorbehandeld te worden. Daartegenover staan de zuiveringsslibb die een pasteuze constitutie hebben, maar nauwelijks droge stof bevatten.

4 HOMOGEEN MAKEN VAN HET LABORATORIUMMONSTER

4.1 Vaste monsters

Het laboratoriummonster wordt gehomogeniseerd door manuele omzetting of een mechanische homogenisatie (Figuur 2 t.e.m Figuur 5).

Bij de manuele omzetting wordt het monster uitgespreid op een plastic folie of op een zuivere ondergrond en 3x omgezet met een schop tot een homogeen monster.

Een mechanische homogenisatie is niet toegelaten indien de parameters 'Steentjes en fysische verontreinigingen' dienen bepaald te worden.

Door middel van een monsterverdeler of door kwarteermethode wordt het vooraf gehomogeniseerd monster verkleind tot de hoeveelheden die nodig zijn voor de volgende bepalingen:

- (a) vocht, organische stof en koolstof, totale stikstof en C/N-verhouding, totaal gehalte aan P, K, Ca, Mg, zware metalen, kwik (400 g);
- (b) zuurtegraad, zoutconcentratie en bereidingen van waterig- en ammoniumacetaatextract (600 g);
- (c) kiemkrachtige zaden (300 g);
- (d) steentjes en fysische verontreinigingen (1000 g);
- (e) fytoxiciteit (1000 g);
- (f) fijnheid (2000 g);
- (g) rijpheidsgraad en respirometrische proef (2500 g);
- (h) volumedichtheid (3000 g);
- (i) plantverdraagzaamheid (300 g);

Het geleverde monster (glazen recipiënt) voor de organische analyses wordt uitgespreid op een plastic folie of op een zuivere ondergrond en omgezet tot een homogeen monster. Door middel van kwarteermethode wordt het vooraf gehomogeniseerd monster verkleind tot de hoeveelheden die nodig zijn voor de volgende bepalingen:

- (j) PAK en minerale olie; hogere chloorbenzenen en PCB (300 g).

Op figuur 1 wordt een overzicht gegeven van monstervoorbehandelingen om te komen tot de uiteindelijk extractie- of analyseporties.

Opmerking:

- De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend.
- De voormelde bepalingen zijn niet allemaal even relevant in elke vast monster voor gebruik in of als meststof of bodemverbeterend middel.

4.2 Pasteuze monsters

Het laboratoriummonster wordt uit het oorspronkelijk recipiënt genomen, uitgespreid in een schaal en gehomogeniseerd (Figuur 6). De homogenisatie kan uitgevoerd worden met een stamper of een

daartoe geschikt hulpmiddel voor het pletten en/of losmaken van geaggregeerde of samenklittende delen.

Indien de pasteuze monsters grovere delen bevatten, dient het pasteuze monster gehomogeniseerd te worden door mixing (Figuur 7 en Figuur 8). Voor een beschrijving van de procedure zie § 4.3. Een mechanische homogenisatie is niet toegelaten indien de parameters 'Steentjes en fysische verontreinigingen' dienen bepaald te worden.

Representatieve deelmonsters worden genomen voor oa. volgende bepalingen:

- (a) vocht, organische stof, stikstof, fosfor, zware metalen, kwik (400 g);
- (b) zuurtegraad, zoutconcentratie (200 g)
- (c) steentjes en fysische verontreinigingen (1000 g);
- (d) respirometrische proef (200 g);
- (e) volumedichtheid (3000 g).

Het geleverde monster (glazen recipiënt) voor de organische analyses wordt op eenzelfde manier gehomogeniseerd.

Representatieve deelmonsters worden genomen voor oa. volgende bepalingen:

- (f) PAK en minerale olie; hogere chloorbenzenen en PCB (300 g)

Opmerking:

- De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend.
- De lijst van voormelde bepalingen in een pasteus monster voor gebruik in of als meststof of bodemverbeterend middel is niet limitatief.

4.3 Vloeibare monsters

Vloeibare monsters zijn veelal heterogeen en kunnen bestaan uit een sliblaag en een vloeistoflaag (Figuur 9 en Figuur 10). Deze monsters moeten, eventueel na opschudden en oproeren met een spatel, gehomogeniseerd worden met een robuuste staafmixer met een regelbare rotatiesnelheid. Zorg hierbij dat een eventueel vaste sliblaag op de bodem losgemaakt wordt en mee opgemengd wordt.

Een mechanische homogenisatie is niet toegelaten indien de parameters 'Steentjes en fysische verontreinigingen' dienen bepaald te worden.

Neem na het mixen onmiddellijk deelmonsters en/of analyseporties voor de uit te voeren analyses. Indien, na bewaring van het gehomogeniseerde monsters, bijkomende deelmonster/analyseporties dienen genomen te worden, moet het monster opnieuw gehomogeniseerd worden met een staafmixer.

Representatieve deelmonsters worden genomen voor oa. volgende bepalingen:

- (a) Vocht, organische stof, stikstof, fosfor, zware metalen, kwik (600 g)
- (b) Zuurtegraad, zoutconcentratie (200 g)
- (c) steentjes en verontreinigingen (1000 g);
- (d) respirometrische proef (200 g).

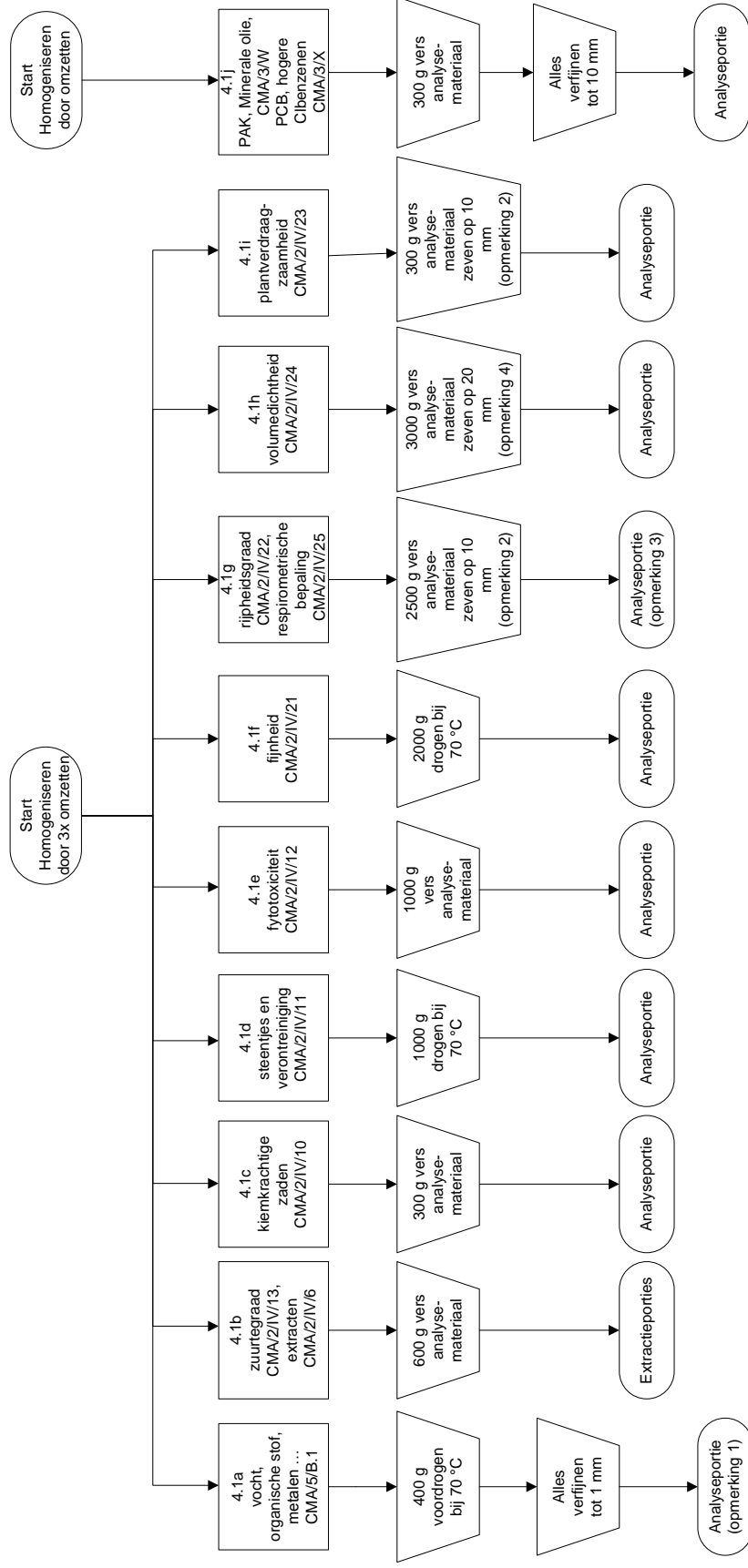
Het geleverde monster (glazen recipiënt) voor de organische analyses wordt op eenzelfde manier gehomogeniseerd.

Representatieve deelmonsters worden genomen voor oa. volgende bepalingen:

- (e) PAK en minerale olie; hogere chloorbenzenen en PCB (1000 g)

Opmerking:

- De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend.
- De lijst van voormelde bepalingen in een vloeibaar monster voor gebruik in of als meststof of bodemverbeterend middel is niet limitatief.

MONSTERVOORBEHANDELING**bodemverbeterende middelen**

Opmerking 1: voor sommige parameters verder drogen bij 105 °C.

Opmerking 2: de fractie > 10 mm wordt verwijderd

Opmerking 3: voor de respirometrische bepaling moet op de fractie <10 mm apart het vochtgehalte en de organische stof bepaald worden.

Opmerking 4: voor de bepaling van de volumedichtheid moet de fractie > 20 mm verwijnd en aan de analyseportie toegevoegd worden.

Figuur 1 Monstervoorbehandeling van vaste monsters voor gebruik in of als meststof of bodemverbeterend middel

5 BEREIDEN ANALYSEMONSTER

5.1 Vaste monsters

De hierna volgende bereidingswijze is noodzakelijk voor de bepaling van in **punt 4.1 (a) opgesomde analyses**.

Een hoeveelheid van ongeveer 400 g wordt nauwkeurig afgewogen en uitgespreid in een dunne laag in een getarreerd recipiënt. Dit recipiënt wordt in een geventileerde droogstoof op 70°C geplaatst gedurende 24 uur tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. Het recipiënt uit de stoof nemen en een paar uur aan de lucht laten afkoelen. Wegen en het vochtverlies per 100 gram op natte stof vaststellen (parameter a).

Het monster kan in zijn totaliteit verkleind en gehomogeniseerd worden met behulp van een slagkruijmolen, slagrotormolen of snijmolen,... waarbij gebruik gemaakt wordt van een zeef met maaswijdte van 1 mm. Zie CMA/5/A.5 en CMA/5/A.7.

Alternatief kan het monster gezeefd worden op een zeef met maaswijdte van 1 mm. Maak hetgeen op de zeef achterblijft in korte tijd fijn door malen en zeef andermaal af. Dit fijnmalen moet zodanig geschieden, dat het analysemateriaal niet noemenswaardig warmer wordt. Herhaal de bewerkingen zoveel maal als nodig is, om alles door de zeef te doen. Voer alle handelingen zo snel mogelijk uit, teneinde verlies of opname van bestanddelen (water, ammoniak, enz.) te voorkomen.

Breng het fijngemaakte en gezeefde materiaal in zijn geheel over in een droog en hermetisch afgesloten recipiënt.

Voordat iets afgewogen wordt voor analyse moet het gehele monster zorgvuldig worden gehomogeniseerd.

Het bereiden van de **analyseporties voor punt 4.1 (b) tot en met 4.1 (i)** wordt in de specifieke anorganische analysemethoden voor compost beschreven (CMA/2/IV/ 6 tot en met 13 en CMA/2/IV/ 21 tot en met 25, zie figuur 1).

Voor de bepaling van de in **punt 4.1 (j) opgesomde organische parameters** wordt het monster verkleind en gehomogeniseerd totdat de deeltjesgrootte kleiner is dan 10 mm. Hierbij kan gebruik gemaakt worden van een slagkruijmolen, slagrotormolen of snijmolen,... uitgerust met een zeef met maaswijdte van 10 mm. Dit fijnmalen moet zodanig geschieden, dat het analysemateriaal niet noemenswaardig warmer wordt. Herhaal de bewerkingen zoveel maal als nodig is, om alles door de zeef te doen. Voer alle handelingen zo snel mogelijk uit, teneinde verlies of opname van bestanddelen (water, ammoniak, enz.) te voorkomen. Zie CMA/5/A.5 en CMA/5/A.7.

De analysemethode voor de bepaling van PAK en minerale olie is beschreven in CMA/3/W en voor de bepaling van PCB en de hogere chloorbenzenen in CMA/3/X.

5.2 Pasteuze en vloeibare monsters

Voor vloeibare monsters die minder dan 2% droge stof bevatten wordt verwezen naar punt 5.3. De bepaling van de anorganische parameters kunnen uitgevoerd worden op het monster als dusdanig.

Voor de bepaling van de organische parameters 4.2 (f) en 4.3 (e) dient het analysemonster minimum 10% droge stof te bevatten. Indien het droge stof gehalte in het staal 2 tot 10% bedraagt, wordt het monster (na mixing) of een representatief deelmonster ervan ingedikt door droging aan de lucht bij 40°C of door vriesdrogen tot een droge stof gehalte bekomen wordt van minstens 10% en hoogstens 70%.

Voor de bepaling van de in punt 4.2 en 4.3 opgesomde parameters wordt van het gehomogeniseerde monster een analyseportie genomen.

5.3 Vloeibare monsters die minder dan 2% droge stof bevatten

De vloeibare monsters worden gehomogeniseerd door schudden of mixen. Voor de bepaling van de relevante parameters wordt van het gehomogeniseerde monster een analyseportie genomen en verder geanalyseerd zoals beschreven in het CMA.

6 VOORBEELDEN**6.1 Voorbeelden van vaste monsters**

Figuur 2 GFT compost van vergisting - homogenisatie door omzetten



Figuur 3 Gedroogd digestaat met mest - homogenisatie door omzetten

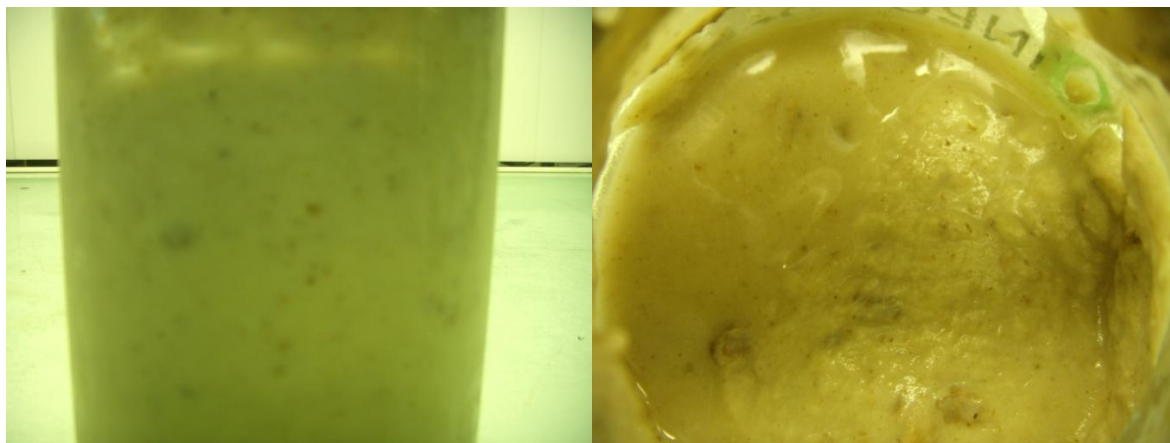


Figuur 4 Dikke fractie digestaat zonder mest - homogenisatie door omzetten

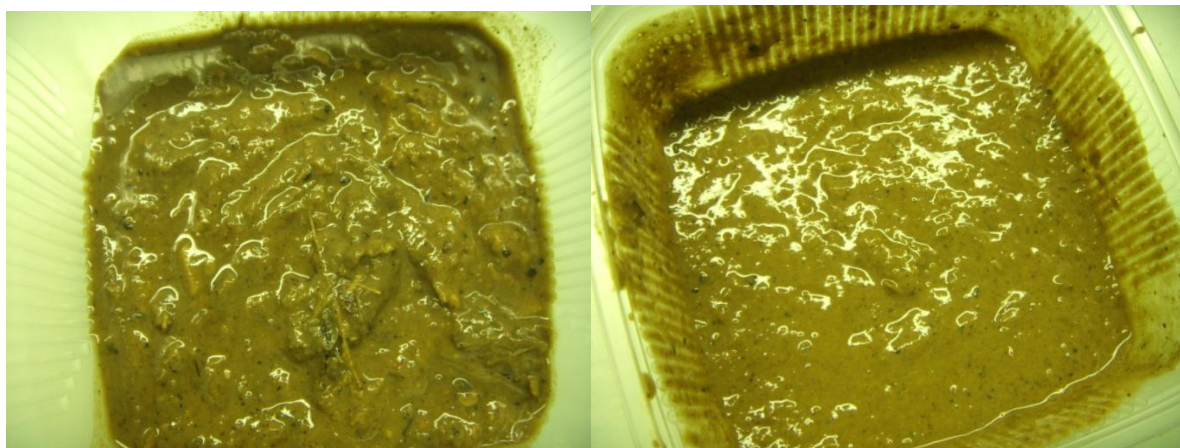


Figuur 5 OBA-mest - homogenisatie door omzetten

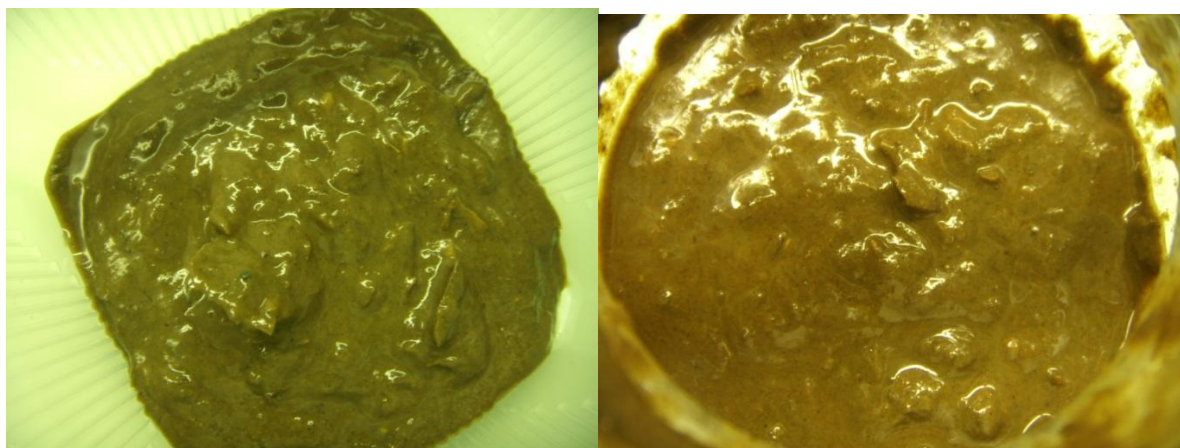
6.2 Voorbeelden van pasteuze monsters



Figuur 6 Aardappelzetmeel - homogenisatie na uitspreiden in schaal

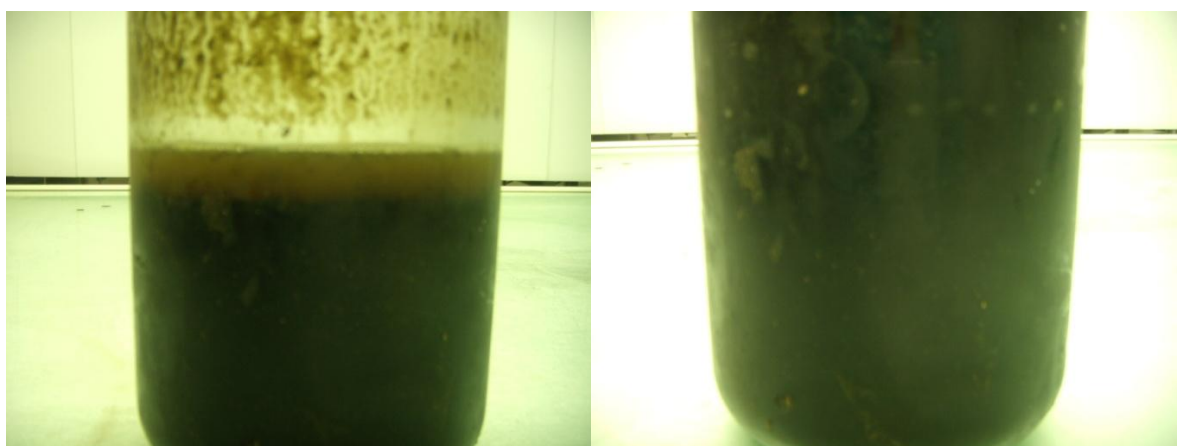


Figuur 7 OBA-mix dierlijke stromen – links: zonder voorbehandeling, rechts: na mixen



Figuur 8 OBA-mix plantaardige stromen – as such, te mixen voor deelmonsternamen

6.3 Voorbeelden van vloeibare monsters



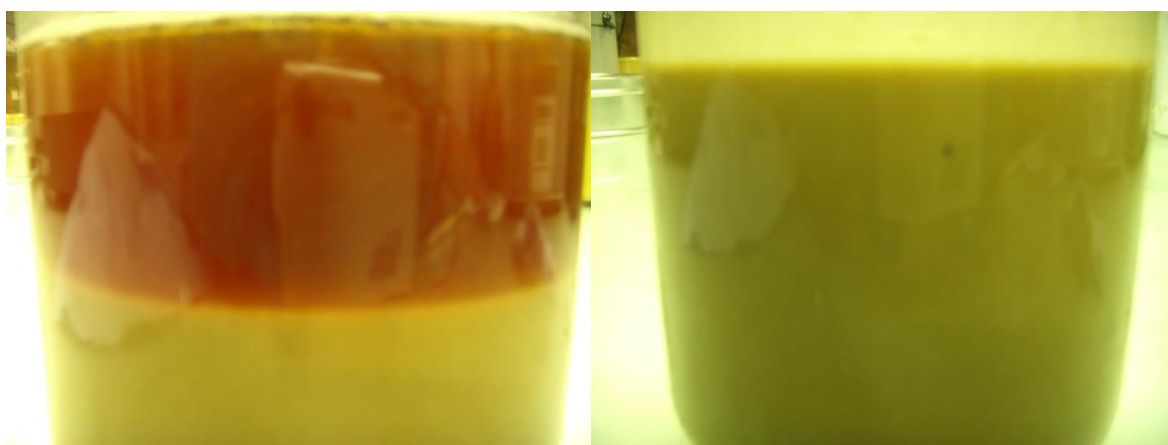
Figuur 9 Ruw digestaat zonder mest – links: zonder voorbehandeling, rechts: na mixen



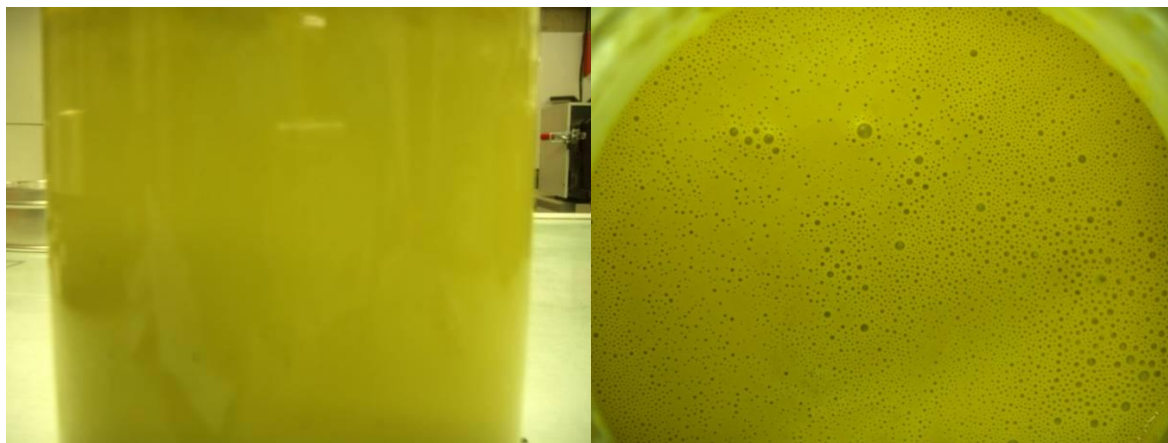
Figuur 10 Ruw digestaat met mest (droge stof gehalte van $\pm 10\%$) – as such, te mixen voorafgaandelijk aan deelmonsternamen



Figuur 11 Effluent na biologische mest+digestaat (droge stof gehalte van $\pm 1\%$)



Figuur 12 Glycerine (droge stof gehalte van $\pm 64\%$) – te behandelen als vloeistof: Links: origineel, rechts: na mixen



Figuur 13 pâtes = soapstock (droge stof gehalte van \pm 45%) – te behandelen als vloeistof: Links: origineel, rechts: na mixen

7 REFERENTIE

- EN13040: 1999 Soil improvers and growing media – Sample preparation for chemical and physical tests, determination of dry matter content, moisture content and laboratory compacted bulk density.
- NEN 7430:1998 Dierlijke mest en mestproducten – Monstervoorbehandeling door homogeniseren – Drijfmest
- NEN 7431:1998 Dierlijke mest en mestproducten – Monstervoorbehandeling door mengen, drogen en malen – Stapelbare mest