

Analysemethoden voor houtafval

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.14 van november 2007.

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 Vlarem 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 MONSTERVERORBEHANDELING

Voor de bepaling van de verschillende parameters is het noodzakelijk dat het te analyseren houtmonster gehomogeniseerd en verfijnd 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 monsterverorbehandelingsprocedure 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 verfijnd houtmonster.

Parameter	Eenheid	Ontsluitingsmethode	Analysemethode ¹
Droge stof	%	-	CMA/2/II/A.1
Arseen	mg/kg ds	10 g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Koper	mg/kg ds	10 g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Lood	mg/kg ds	10 g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Chroom	mg/kg ds	10 g, verassen, 450°C, 6 uur CMA/2/II/A.3 ⁽¹⁾	CMA/2/I/B.1- ICP-AES
Fluoride	mg/kg ds	CMA/2/II/B.2 – Bomverbranding	CMA/2/I/C.1.1 - ISE
Chloride	mg/kg ds	CMA/2/II/B.2– Bomverbranding	CMA/2/I/C.3 - IC
Pentachloor-	mg/kg ds	Extractie	CMA/3/V

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

fenol		methanol/dichloormethaan	
Benzo-a-pyreen	mg/kg ds	Extractie methanol/dichloormethaan	CMA/3/V

Tabel 1: Overzicht analyseparameters en referentiemeetmethoden

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

waarbij

CMA/2/II/A.1	Watergehalte en droogrest
CMA/2/I/B.1	Elementen met inductief gekoppeld plasma atomaire emissiespectrometrie (ICP-AES)
CMA/2/I/C.3	Opgeloste anionen – bromide, chloride, fluoride, nitraat, nitriet, orthofosfaat en sulfaat - door vloeistofchromatografie
CMA/2/II/A.3	Gesloten microgolfoven destructiemethode met salpeterzuur, zoutzuur en waterstoffluoride
CMA/2/II/B.2	Zwavel en halogenen na zuurstofverbranding in gesloten bom
CMA/2/I/C.1.1	Fluoride met ion-selectieve electrode
CMA/3/V	Pentachloorfenol en benzo(a)pyreen in houtafval

In Tabel 2 zijn alternatieve analysetechnieken opgenomen.

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

Tabel 2: Overzicht alternatieve meetmethoden

⁽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/I/B.2	Elementen met atomaire absorptie spectrometrie met grafietoven (ET-AAS)
CMA/2/I/C.1.2	Fotometrische bepaling van fluoride in water mbv een doorstroomanalysestelsel (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)

² AAS: atoomabsorptiespectrometrie; FA: flow analyzer

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 (10 g) 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 **fluoride en chloride**: Als aandachtspunten bij de bepaling dient te worden opgemerkt dat voldoende monster (± 1 g) wordt gedestruëerd enerzijds om een lage bepalinglimiet te bekomen 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 also 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	Richtwaarde (mg/kg ds)	Ontsluitingsgewicht (g)	Eindvolume (ml)	Analyse techniek	Bepalingsgrens ⁽¹⁾ (mg/kg ds)
As	2	10 g	100	ICP-AES	0.20
Cu	20	10 g	100	ICP-AES	1.8
Pb	90	10 g	100	ICP-AES	1.2
Cr	30	10 g	100	ICP-AES	0.44
F	30	0.8 g	50	ISE/FA	2.8
Cl	600	0.8 g	50	IC	62
PCP	3	1 g		GC-MS	0.06
Benzo(a) pyreen	0.5	1 g		GC-MS	0.12

⁽¹⁾ De bepalingsgrens voor de metaalconcentraties zijn deze zoals bepaald in het Vito rapport 2007/MIM/R/041 *Prestatiekenmerken pakket 9 Specifieke verbrandingsparameters*.