

BIJLAGE E

SPECIALE ONTSLUITINGSMETHODEN

Voor afvalwater dient een ontsluiting te worden uitgevoerd conform WAC/III/B/001 of WAC/III/B/002. Indien specifiek het gehalte aan Al incl. Al_2O_3 , Ce incl. CeO_2 , Ti incl. TiO_2 en/of Sn incl. SnO_2 wordt aangevraagd, wordt de speciale ontsluitingsmethode zoals hieronder beschreven toegepast. Op het analyseverslag dient duidelijk vermeld te worden welke ontsluitingsmethode werd toegepast.

E.1 BEPALING VAN TITANIUM

De kritische factoren bij de accurate bepaling van titaandioxide (TiO_2) in afvalwater zijn zowel de **voorbereiding** (opschudden en homogeniseren) als het gebruikte **destructiereagens** (type zuur).

E.1.1 ONTSLUITING CONFORM ISO 11885:2007 ANNEX A.2

De methode zoals beschreven in deze annex is van toepassing mits volgende aanvullingen:

- De destructie kan uitgevoerd worden met diverse ontsluitingstoestellen mits de destructie onder gecontroleerde omstandigheden van temperatuur en tijd kan uitgevoerd worden.
- Voor de destructie kan oa. gebruik gemaakt worden van de Kjeldahl-destructieblok.
- Breng 100 ml (afval)water in de destructiebuis en voeg 2 g ammoniumsulfaat Pro analyse, 3 ml H_2SO_4 Pro analyse en een aantal groffe kookpareltjes toe. Bij voorkeur wordt een interne standaard toegevoegd.
- De destructiebuisen worden in de destructieblok geplaatst en naar 250°C gebracht. Deze temperatuur wordt vervolgens ± 1 uur aangehouden (tot water is ingedampt). Op het einde van de verwarmingstijd kan men witte dampen van H_2SO_4 waarnemen.
- Vervolgens voegt men opnieuw 2 g ammoniumsulfaat Pro analyse en 3 ml H_2SO_4 Pro analyse toe. De temperatuur wordt verhoogd naar 300°C en gedurende 1 uur aangehouden.
- Indien de oplossing nog niet helder is, voegt men nogmaals 2 g ammoniumsulfaat Pro analyse en 3 ml H_2SO_4 Pro analyse toe. De oplossing wordt gedurende 1 uur verwarmd bij 300°C .

Opmerking: De destructietemperatuur mag bijgestuurd worden mits bij de validatie maximale rendementen worden bekomen bij de ontsluiting van een controlemonster dat de oxidevorm van Ti (en/of Al, Ce, Sn, indien relevant) bevat.

- Na deze laatste stap moet de oplossing helder zijn. Indien dit niet het geval is, moet een kleinere hoeveelheid monster worden afgewogen.
- Het resterende volume wordt aangelengd tot 50 ml met ultrapuur water.
- Na afkoelen van de destructiebuisen wordt de inhoud kwantitatief overgebracht in een maatkolf van 100 ml, eventueel na filtratie, en aangelengd tot de maatstreep met ultrapuur water.
- Bij elke serie van destructies wordt een procedureblanco uitgevoerd.

E.1.2 GESLOTEN DESTRUCTIEMETHODE MET ZOUTZUUR, SALPETERZUUR, WATERSTOFFLUORIDE EN BOORZUUR (AFGELEID VAN CMA 2/II/A.3)

Deze methode is de referentiemethode voor de bepaling van het "totale metaalgehalte" in slib, bodem, vliegias, korrelas, afvalstoffen, metaalslakken, van met stof -en vliegias beladen filters. Zowel de metalen die organisch als anorganisch gebonden zijn worden hierbij vrijgezet. De aanwezige metalen worden omgezet in de oplosbare zouten zodat ze aansluitend kunnen gemeten

worden met het inductief gekoppeld plasma atoom emissie spectrometrie (ICP-AES), vlam atomaire absorptie spectrometrie (AAS-vlam), atomaire fluorescentie spectrometrie of andere alternatieve meetmethoden.

Homogeniseer het monster door opschudden. Breng het monster in zijn geheel over in een beker. Voeg een magneet toe en plaats het geheel op een magnetische roerder. Breng onder **stevig roeren** 20 ml monster volumetrisch met automatische pipet van 5 ml in het ontsluitingsrecipiënt. Het monster wordt **uitgedampt**. Voeg daarna 6 ml HCl suprapur, 2 ml HNO₃ subboiled en 4 ml HF suprapur toe aan de monsters en sluit de recipiënten af. Plaats recipiënten in de microgolfoven en start onderstaand ontsluitingsprogramma :

STAP 1	
6 ml HCl, 2 ml HNO ₃ en 4 ml HF	
Tijd (min)	Vermogen (W)
2	250
2	0
5	250
5	400
5	500

Nadat het programma beëindigd is laat men de recipiënten voldoende afkoelen door ze in de met water gevulde gootsteen te plaatsen. Open dan voorzichtig de recipiënten gebruikmakend van de momentsleutel en laat eventuele gassen voorzichtig ontsnappen. Voeg vervolgens 44 ml van de 4 % m/v boorzuoroplossing toe en sluit de recipiënten terug af. Plaats de recipiënten met hun beschermingsmantels in de carrousel op het nummer zoals in het ontsluitingsboekje staat vermeld. Plaats de carrousel in de microgolfoven. Verwarm de monsters nogmaals door ze gedurende 3 minuten bij 300 Watt in microgolfoven te plaatsen.

STAP 2	
44 ml 4 % (m/v) H ₃ BO ₃	
Tijd (min)	Vermogen (W)
3	300

Nadat het programma beëindigd is laat men de recipiënten voldoende afkoelen door ze in de met water gevulde gootsteen te plaatsen. Open dan voorzichtig de recipiënten gebruikmakend van de momentsleutel en laat eventuele gassen voorzichtig ontsnappen. Spoel vervolgens het deksel af in de recipiënt. Daarna worden de monsters gefiltreerd over een 45 µm membraamfilter. Het filtraat wordt opgevangen in een plastic kolfje van 100 ml. Deze handeling dient kwantitatief te gebeuren zodat we geen verliezen hebben aan materiaal. Spoel de inhoud van de recipiënten na over de membraamfilter met een weinig ultra puur water. Leng kolfje aan tot de maatstreep. De eindconcentratie aan zoutzuur, salpeterzuur, waterstoffluoride en boorzuur moet minimaal 6% v/v, 2% v/v, 4% v/v en 44% v/v (van 4% m/v boorzuoroplossing) bedragen.

E.1.3 METHODE AFV 20

Homogeniseer het staal door krachtig schudden. Giet ± 400 ml over in een beker van 600 ml. Plaats op een magnetische roerder en pipetteer, onder matig roeren, 100 ml staal. Breng over in de destructiekolf. Voeg een 6-tal glazen pareltjes toe. De kolf wordt onder een hoek van 45° in de statief geklemd, ongeveer 10 cm boven de bunsenbrander. Voeg 12 ml geconcentreerd H₂SO₄ (met dispenser) toe, meng voorzichtig en verwarm tot heldere oplossing. Hierbij ontwijken witte nevels van SO₂ en SO₃. Laat afkoelen tot kamertemperatuur. Leng aan met demi-water en filtreer af op

een witbandfilter waarbij men het filtraat opvangt in maatkolfje van 250 ml. Was met lichtjes opgewarmd H_2SO_4 10 %. Koel de maatkolf, leng aan en homogeniseer.

E.2 BEPALING VAN ARSEEN

Bij de bepaling van arseen met de hydride techniek mag de destructiemethode conform Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (20th ed.) Methode 3114 B (4d) toegepast worden. Deze methode omvat een ontsluiting van het monster met H_2SO_4 en $K_2S_2O_8$.

E.3 BEPALING VAN ALUMINIUM, CERIUM EN TIN

Bij de bepaling Al, Ce en Sn wordt de destructiemethode zoals beschreven in ISO 11885:2007 Annex A.2 toegepast. Eenzelfde destructiemethodiek als voor de bepaling van Ti en beschreven in paragraaf E.1.1 kan worden toegepast.