

Totaal organisch koolstofgehalte (TOC)

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.7 van oktober 2019.

Deze procedure beschrijft twee methoden voor de bepaling van totaal organische koolstof (TOC) in slib, behandeld biologisch afval, bodem, afval en sediment monsters.

Opmerking: bij afval voor stortplaatsen (VLAREM artikel 5.2.4.1.8 § 7) moet het TOC gehalte bepaald worden, uitgezonderd de koolstof vervat in vaste polymeren of asfalt. Voor de toepassing van deze bepalingen wordt met vaste polymeren bedoeld de kunststoffen in vaste vorm zoals folies, granulaten, voorwerpen, vaste brokken. In het laboratorium kan op vraag van de klant via picking de polymeren en het asfalt verwijderd worden uit de fractie > 2 mm, dit zal op het verslag worden vermeld.

De procedure zoals beschreven in NBN EN 15936:2022 is van toepassing mits volgende aanvullingen/aanpassingen.

2 DEFINITIES

- TC (totaal koolstof): gehalte aan koolstof aanwezig in het monster in de vorm van organische, anorganische en elementaire koolstof
- TIC (totaal anorganisch koolstof): gehalte aan koolstof dat wordt vrijgesteld als CO₂ door zuurhydrolyse
- TOC (totaal organisch koolstof): gehalte aan koolstof dat wordt omgezet in CO₂ door verbranding en dat niet wordt vrijgesteld als CO₂ door zuurhydrolyse (i.e. het verschil tussen TC en TIC).

3 PRINCIPE

De TOC bepaling kan uitgevoerd worden volgens de indirecte methode (Methode A) of volgens de directe methode (Methode B).

Bij de indirecte methode (Methode A) wordt het TOC-gehalte berekend uit het verschil van de analyseresultaten van het TC en TIC gehalte. Het TC gehalte wordt bepaald door meting van het CO₂ vrijgesteld door verbranding van het gedroogde monster in een zuurstof bevattende gasstroom vrij van CO₂. Om een volledige verbranding te verkrijgen kunnen katalysatoren/modifiers worden toegevoegd. De vrijgegeven hoeveelheid CO₂ wordt gemeten met infrarood spectrometrie, thermische geleidbaarheid detectie, vlamionisatiedetectie na reductie tot methaan, of door gravimetrie, coulometrie, conductometrie na absorptie. Het TIC wordt afzonderlijk bepaald op een ander deelmonster door aanzuren van het monster waarbij de anorganische koolstof wordt verwijderd door purgeren en het gevormde CO₂ gas wordt gemeten door een van de bovenstaande technieken.

Bij de directe methode (Methode B) worden de in het monster aanwezige carbonaten voorafgaandelijk verwijderd door het monster te behandelen met zuur. De hoeveelheid CO₂ die wordt vrijgesteld bij de daaropvolgende verbranding, wordt gemeten door een van de bovenstaande technieken en is een directe maat voor het TOC gehalte.

4 AANVULLINGEN NBN EN 15936

- §6 Reagentia: Andere reagentia en/of concentraties kunnen worden gebruikt mits deze voldoen voor deze toepassing.
- §8 Monstervoorbehandeling: De monsterconservering is beschreven in CMA/1/B en de monstervoorbehandeling in CMA/5/B.2 t.e.m CMA/5/B.6.
- §9 Procedure – Methode A (indirecte methode):
 - §9.1.2 Bepaling van TC:
Opmerking: Indien voor TC metingen de verbranding bij 900°C wordt uitgevoerd is toevoeging van een katalysator noodzakelijk (e.g. V₂O₅ in mengverhouding 1/1 katalysator/monster).
 - §9.1.3 Bepaling van TIC laatste paragraaf:
Het behandelen van monsters met verwarmd zuur is niet van toepassing.
 - §9.2 Kalibratie:
Voor het uitvoeren van de dagdagelijkse analyses dient minimaal bij elke meetreeks de kalibratie gecontroleerd te worden (bv. met de hoogste standaard) en dient deze te voldoen aan de door het laboratorium vastgelegd criterium. Het al dan niet toepassen van een correctie wordt vastgelegd door het laboratorium.
 - §9.3 Controlemetingen:
De terugvindingsgraad voor het TC en het TIC gehalte van controlemonster A moet gelegen zijn tussen **80 en 120%** van de juiste waarde.
 - §9.4 Berekningen:
Methode A is toepasbaar bij een TIC/TOC ratio < 10; indien niet voldaan, wordt dit als opmerking op het verslag vermeld.
Bij de berekening van het TOC gehalte worden steeds de gemeten waarden van TC en TIC gebruikt (geen rekening houden met de bepalingsgrens).
- §10 Procedure – Methode B (directe methode)
 - §10.1.2 Verwijderen van TIC en bepaling van TOC:
Opmerking: Indien voor TOC metingen de verbranding bij 900°C wordt uitgevoerd is toevoeging van een katalysator noodzakelijk (e.g. V₂O₅ in mengverhouding 1/1 katalysator/monster).
 - §10.2 Kalibratie:
Voor het uitvoeren van de dagdagelijkse analyses dient minimaal bij elke meetreeks de kalibratie gecontroleerd te worden (bv. met de hoogste standaard) en dient deze te voldoen aan de door het laboratorium vastgelegd criterium. Het al dan niet toepassen van een correctie wordt vastgelegd door het laboratorium.
 - §10.3 Controlemetingen:
De terugvindingsgraad voor het TOC gehalte van controlemonster B moet gelegen zijn tussen **80 en 120%** van de juiste waarde.

Opmerking 1: Het laboratorium dient over de nodige gegevens te beschikken die aantonen dat de zuurbehandeling effectief is ter verwijdering van de aanwezige carbonaten voor het type monsters dat door het laboratorium geanalyseerd worden. Dit dient minimaal op 1 monster aangetoond te worden per zuurbehandeling/monsterreeks.

Opmerking 2: Andere controlemonsters dan deze vermeld in EN 15936, mogen gebruikt worden zolang de juistheid en de precisie kan worden geverifieerd. **De terugvindingsgraad voor het TOC gehalte van dit controlemonster moet gelegen zijn tussen 90 en 110% van de juiste waarde.**

Opmerking 3: Voor de matrices slakken en shredder is het noodzakelijk om de TC en TIC meting in duplo uit te voeren en de gemiddelde waarde te rapporteren. Het verschil tussen de gemeten waarde en de gemiddelde waarde moet $\leq 10\%$ van de gemiddelde waarde. Als dit niet het geval is, worden de individuele resultaten gerapporteerd met een opmerking op het verslag.

5 BEREKENINGEN

Het TOC resultaat kan uitgedrukt worden in g C/kg droge stof of in m/m % C droge stof.

Het gehalte aan organisch materiaal in bodem (uitgedrukt in m/m % droge stof) wordt berekend door het gehalte aan TOC (m/m % droge stof) te vermenigvuldigen met factor 1.72.

6 REFERENTIES

- NBN EN 15936:2022 Soil, waste, treated biowaste and sludge – Determination of total organic carbon (TOC) by dry combustion.

BIJLAGE A BESCHRIJVING CONTROLEMONSTERS A EN B

De samenstelling van de controlemonsters A en B conform EN 15936:2022 is als volgt:

Controlemonster A (indirecte methode):

bereid van Na_2CO_3 , $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en Al_2O_3 in een massa ratio van 2.34 : 1.00 : 7.28

Het controlemonster A bevat 2.5% TIC en 2.5% TOC, bestaande uit 22.05 g Na_2CO_3 , 9.41 g $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 68.53 g Al_2O_3 (of een gelijkaardige verhouding).

Opmerking: Bij de TC bepaling kan het gebruik van glaswol het rendement van deze bepaling verhogen.

Controlemonster B (directe methode):

bereid van Na-salicylaat, CaCO_3 , $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en Al_2O_3 in een massa ratio van 1.00 : 4.36 : 1.97 : 8.39

Het controlemonster B bevat 3.3% TIC en 6.6% TOC, bestaande uit 6.36 g Na-salicylaat, 27.78 g CaCO_3 , 12.5 g $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 53.36 g Al_2O_3 (of een gelijkaardige verhouding).