

Meststof en bodemverbeterend middel

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Algemene opmerkingen	3
3	Indeling van de diverse matrices	3
4	Homogeen maken van het laboratoriummonster en bereiden van het analysemonster	4
4.1	<i>Vaste en pasteuze monsters, inclusief compost</i>	4
4.1.1	Anorganische analyses	5
4.1.2	Organische analyses	6
4.2	<i>Vloeibare en waterige pasteuze monsters</i>	7
4.2.1	Anorganische analyses	7
4.2.2	Organische analyses	8
4.3	<i>Vloeibare monsters die minder dan 2% droge stof bevatten</i>	8
5	Voorbeelden	12
5.1	<i>Voorbeelden van vaste monsters</i>	12
5.2	<i>Voorbeelden van pasteuze monsters</i>	13
5.3	<i>Voorbeelden van vloeibare monsters</i>	14
6	REFERENTIES	16

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/5/B.1 van juni 2022.

Deze methode beschrijft de voorbehandeling van materialen die 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.

3 INDELING VAN DE DIVERSE MATRICES

Het aanbod aan types materialen die 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 ivm 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), OBA-compost, 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, effluënten na biologie, spuistroom (overtollig voedingsmedium), ammoniumsulfaatoplossing, 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 voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling.

Opmerking. 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 zuiveringsslibs die een pasteuze constitutie hebben, maar nauwelijks droge stof bevatten.

4 HOMOGEEEN MAKEN VAN HET LABORATORIUMMONSTER EN BEREIDEN VAN HET ANALYSEMONSTER

4.1 VASTE EN PASTEUZE MONSTERS, INCLUSIEF COMPOST

In Figuur 1 wordt een overzicht gegeven van monstervoorbehandelingen om te komen tot de uiteindelijk extractie- of analyseporties voor het matrixtype vaste en pasteuze monsters, inclusief compost.

Opmerking: De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend. De opgesomde bepalingen zijn niet allemaal even relevant in elk monster voor gebruik als meststof of bodemverbeterend middel.

Steekvaste laboratoriummonsters worden gehomogeniseerd door manuele omzetting of een mechanische homogenisatie (Figuur 4 t.e.m. Figuur 6).

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.

Door middel van een monsterverdelers of door kwarteermethode wordt het vooraf gehomogeniseerd monster verkleind tot de hoeveelheden die nodig zijn voor de uit te voeren analyses.

Indien noodzakelijk, maal het monster met een verkleinapparaat totdat de deeltjesgrootte kleiner is dan 10 mm.

Opmerking: de deeltjesgrootte mag ingeschat worden op basis van een visuele beoordeling.

Niet-steekvaste laboratoriummonsters worden uit het oorspronkelijk recipiënt genomen, uitgespreid in een schaal en gehomogeniseerd (Figuur 7). 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 8 en Figuur 9). Voor een beschrijving van de procedure zie § 4.2.1.

Viskeuze olie-achtige monsters mogen geanalyseerd worden als vers monsters. De analyse wordt uitgevoerd op gewichtsbasis en het resultaat wordt gerapporteerd analoog aan 'vaste en pasteuze monsters' (waar relevant, rekening houdend met de dichtheid).

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

4.1.1 ANORGANISCHE ANALYSEN

Representatieve deelmonsters voor de anorganische analyses van vaste en pasteuze monsters, inclusief compost, zijn:

- a) vocht, organische stof, totaal gehalte aan elementen (P, K, Ca, Mg, S, zware metalen) en kwik (400 g);
- b) totale N en ammonium (1M KCl extract) (250 g);
- c) zuurtegraad (200 g);
- d) elektrische geleidbaarheid, nitraat (waterig extract) (300 g);
- e) kiemkrachtige zaden (300 g);
- f) steentjes en onzuiverheden (1000 g);
- g) fytotoxiciteit (enkel voor compost) (1000 g);
- h) fijnheid (enkel voor compost) (2000 g);
- i) rijpheidsgraad en respirometrische proef (enkel voor compost) (2500 g);
- j) respirometrische proef (uitgez. compost) (1 liter);
- k) volumedichtheid (3000 g).

Opmerking 1: De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend. De opgesomde bepalingen zijn niet allemaal even relevant in elk monster voor gebruik als meststof of bodemverbeterend middel.

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

Een hoeveelheid van ongeveer 400 g wordt nauwkeurig afgewogen en uitgespreid in een dunne laag in een getarreed recipiënt. Dit recipiënt wordt in een geventileerde droogstoof gedroogd bij 105°C. Na afkoelen wegen en het vochtverlies per 100 gram op natte stof vaststellen (zie CMA/2/IV/1).

Het monster kan in zijn totaliteit verkleind en gehomogeniseerd worden met behulp van een slagkruijsmolen, slagrotormolen of snijmolen,... waarbij gebruik gemaakt wordt van een zeef met maaswijdte van 0.5 mm. Zie CMA/5/A.5 en CMA/5/A.7.

Alternatief kan het monster gezeefd worden op een zeef met maaswijdte van 0.5 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.

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

Weeg een lege droogschaal tot op 0.1 g nauwkeurig (massa m_0). Breng ongeveer 250 g van het monster in een droogschaal en weeg tot op 0.1 g nauwkeurig (massa m_1). Voeg met een doseerapparaat 300.0 ml wijnsteenzuuroplossing ($c_{(C_4H_6O_6)} = 0.445$ mol/l. Los 667 g wijnsteenzuur op in ± 8 l water en vul aan tot 10 l met water) toe. Meng met de lepel de toegevoegde hoeveelheid wijnsteenzuuroplossing door het monster tot een homogene suspensie. Eventueel aanwezige klontjes moeten met de lepel worden fijngewreven.

Opmerking 1: Wijnsteenzuur wordt toegevoegd om de voorkomen dat ammoniak verdampt tijdens de monstervoorbehandeling door drogen.

Opmerking 2 : Voor sommige matrices moet meer dan 300 ml wijnsteenzuur toegevoegd worden om een mengbare slurry te bekomen.

Droog bij $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ in de droogstoof tot luchtdroog. Schep tijdens het drogen het monster met de lepel en keer om. Weeg de droogschaal met inhoud tot op 0.1 g nauwkeurig (massa m_2). Het monster kan in zijn totaliteit verkleind en gehomogeniseerd worden met behulp van een slagkruismolen, slagrotormolen of snijmolen,... waarbij gebruik gemaakt wordt van een zeef met maaswijdte van 0.5 of 1 mm. Zie CMA/5/A.5 en CMA/5/A.7.

Bij verdere bepalingen, uitgevoerd op dit monster, moet de droogfactor in de uiteindelijke berekeningen worden opgenomen.

Bereken de droogfactor (D) met de vergelijking:

$$D = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

met:

D de droogfactor

m_0 de massa van de lege droogschaal, in g

m_1 de massa van de droogschaal en vers monster, in g

m_2 de massa van de droogschaal met inhoud na drogen, in g.

Het bereiden van de **analyseporties voor punt (c) tot en met (k)** wordt in de specifieke anorganische analysemethoden voor meststof en bodemverbeterend middel beschreven (CMA/2/IV/6, CMA/2/IV/10, CMA/2/IV/11, CMA/2/IV/12, CMA/2/IV/13, CMA/2/IV/21, CMA/2/IV/22, CMA/2/IV/24 en CMA/2/IV/25, zie Figuur 1).

4.1.2 ORGANISCHE ANALYSEN

Representatieve deelmonsters voor de organische analyses van vaste en pasteuze monsters, inclusief compost, zijn:

I) PAK en minerale olie; hogere chloorbenzenen en PCB; PFAS (300 g).

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. De analysemethode voor PFAS is beschreven in CMA/3/O.

4.2 VLOEIBARE EN WATERIGE PASTEUZE MONSTERS

De indeling van de vloeibare monsters als monsters met een droge stofgehalte $<$ of $>$ 2%, wordt bepaald op basis van het vochtgehalte/droogrest.

Voor vloeibare monsters die minder dan 2% droge stof bevatten wordt verwezen naar punt 4.3.

In Figuur 2 wordt een overzicht gegeven van monstervoorbehandelingen om te komen tot de uiteindelijk extractie- of analyseporties voor het matrixtype vloeibare en waterige pasteuze monsters met $>$ 2% droge stof.

Opmerking: De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend. De opgesomde bepalingen zijn niet allemaal even relevant in elk monster voor gebruik in als meststof of bodemverbeterend middel.

Vloeibare monsters en waterige pasteuze monsters zijn veelal heterogeen en kunnen bestaan uit een sliblaag en een vloeistoflaag (Figuur 10 en Figuur 11). 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 onzuiverheden' dienen bepaald te worden.

Plaats de monsterfles onder de staafmixer, waarbij het rotormes zich op circa 3 cm van de bodem van de monsterfles bevindt. Homogeniseer het monster met een zo groot mogelijke rotatiesnelheid met dien verstande dat overmatige schuimvorming wordt vermeden. Om de homogenisatie te optimaliseren kan de staafmixer tijdens het homogeniseren verticaal heen en weer worden bewogen. Na het homogeniseren wordt de monsterfles gesloten.

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.

4.2.1 ANORGANISCHE ANALYSEN

Deelmonsters voor de anorganische analyses van vloeibare en waterige pasteuze monsters zijn:

- (vocht), organische stof, totaal gehalte aan elementen (P, K, Ca, Mg, zware metalen) en kwik (400 g);
- zuurtegraad (analyseportie);
- elektrische geleidbaarheid (analyseportie);
- ammonium en nitraat (analyseportie);
- totale N (analyseportie);

Opmerking: Monsters met een droge stof gehalte tussen 2 en 3% mogen worden behandeld als afvalwater (zie punt 4.3).

- kiemkrachtige zaden (analyseportie);
- steentjes en onzuiverheden (1000 g);
- respirometrische proef (analyseportie);
- gravimetrische dichtheid (250 g).

Opmerking: De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend. De opgesomde bepalingen zijn niet allemaal even relevant in elk monster voor gebruik als meststof of bodemverbeterend middel.

De hierna volgende bereidingswijze is noodzakelijk voor de bepaling van in **punt (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 gedroogd bij 105°C. Na afkoelen wegen en het vochtverlies per 100 gram op natte stof vaststellen (zie CMA/2/IV/1).

Het monster kan in zijn totaliteit verkleind en gehomogeniseerd worden met behulp van een slagkruijsmolen, slagrotormolen of snijmolen,... waarbij gebruik gemaakt wordt van een zeef met maaswijdte van 0.5 mm. Zie CMA/5/A.5 en CMA/5/A.7.

Alternatief kan het monster gezeefd worden op een zeef met maaswijdte van 0.5 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.

4.2.2 ORGANISCHE ANALYSEN

Representatieve deelmonsters worden genomen voor oa. volgende bepalingen:

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

Opmerking: De aangegeven hoeveelheden zijn richtinggevend.

Voor de bepaling van de organische parameters behalve PFAS 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 tot een droge stof gehalte bekomen wordt van minstens 10% en hoogstens 70%. Het indikken dient te gebeuren door droging aan de lucht bij 40°C. ~~Voor de bepaling van PFAS wordt het monster niet ingedikt.~~ ~~Voor de bepaling van PFAS wordt het monster overnacht gedroogd bij 40°C.~~

Voor de bepaling wordt van het gehomogeniseerde monster een analyseportie genomen. 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. De analysemethode voor PFAS is beschreven in CMA/3/O.

4.3 VLOEIBARE MONSTERS DIE MINDER DAN 2% DROGE STOF BEVATTEN

De vloeibare monsters worden gehomogeniseerd door schudden of mixen (zie Figuur 14). Voor de anorganische parameters worden deze monsters beschouwd en geanalyseerd als een afvalwater conform WAC (Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water). Voor deze parameters blijven de houdbaarheidstermijnen zoals beschreven in CMA/1/B van toepassing. Voor de volgende relevante parameters voor de anorganische analyses van vloeibare monsters dient een analyseportie te worden voorzien:

- a) vocht/droogrest cfr WAC/III/A/001

- b) totaal gehalte aan elementen (P, K, Ca, Mg, zware metalen) en kwik cfr WAC/III/B/002 en WAC/III/B
- c) zuurtegraad cfr WAC/III/A/005
- d) elektrische geleidbaarheid cfr WAC/III/A/004
- e) totale N cfr WAC/III/D
- f) ammonium cfr WAC/III/E
- g) nitraat cfr WAC/III/C
- h) TOC cfr WAC/III/D/050

Opmerking: De opgesomde bepalingen zijn niet allemaal even relevant in elk monster voor gebruik als meststof of bodemverbeterend middel.

Voor de berekening van het gehalte uitgedrukt in mg/kg verse stof mag een volumedichtheid van 1 kg verse stof/l gehanteerd worden. Alle parameters worden in dezelfde eenheid gerapporteerd als deze voor de vaste en pasteuze monsters.

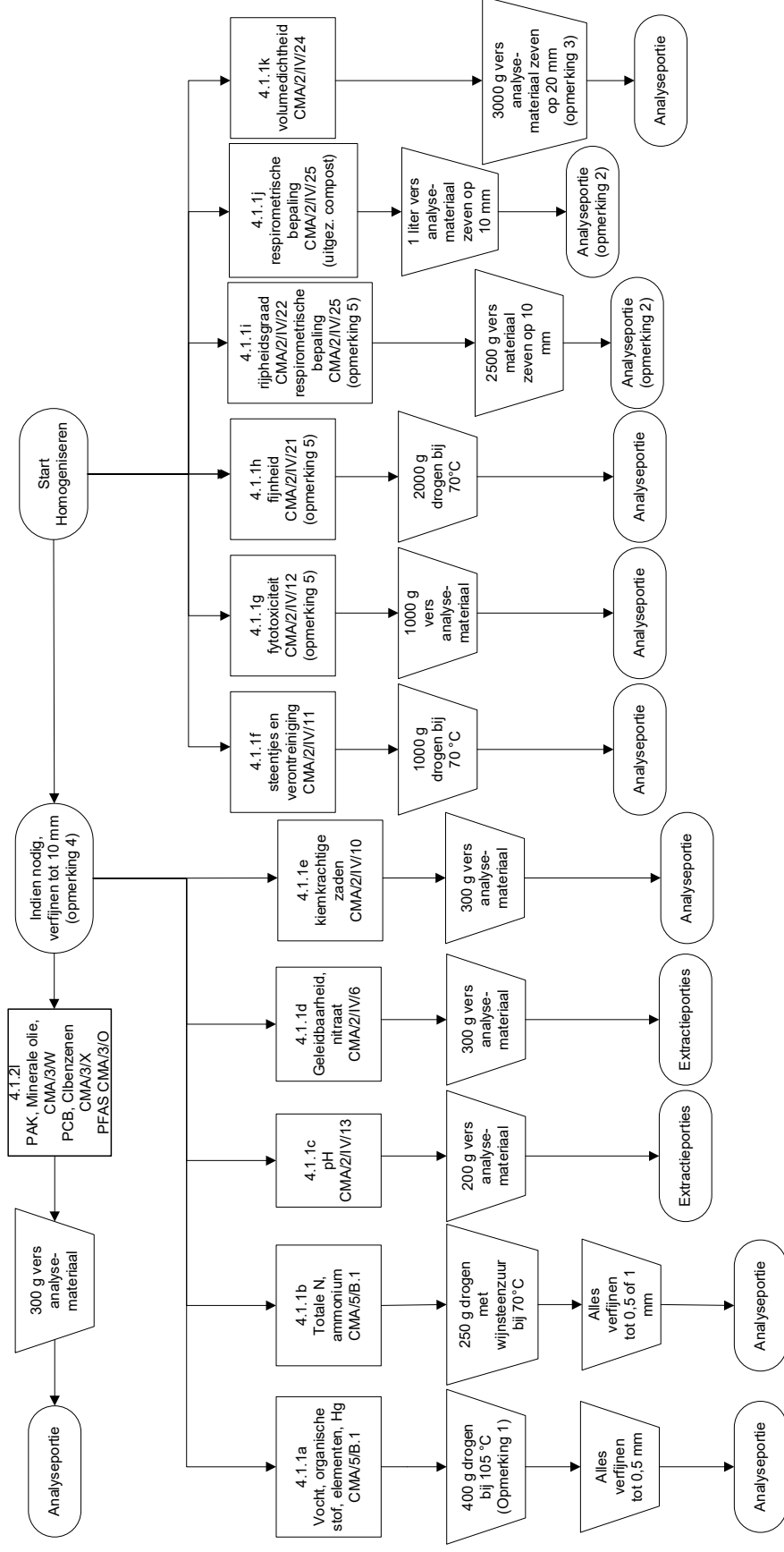
Voor de berekening van het gehalte organische stof wordt volgende formule toegepast:

$$\% \text{ Organische stof} = \% C * 1.8$$

Relevante parameters voor de organische analyses van vloeibare en waterige pasteuze monsters zijn:

- i) PAK en minerale olie; hogere chloorbenzenen en PCB; PFAS (100 g)

Voor de bepaling wordt van het gehomogeniseerde monster een analyseportie genomen. 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. De analysemethode voor PFAS is beschreven in CMA/3/O. Voor de analyse van PFAS worden monsters met een droge stof gehalte ~~<0.1%~~ <2% beschouwd en geanalyseerd als een afvalwater conform WAC (Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water).



Opmerking 1: Dit analysemonster mag gebruikt worden voor de bepaling van het vochtgehalte gebruikt.

Opmerking 2: voor de respirometrische bepaling moet op de fractie <10 mm apart het vochtgehalte en de organische stof bepaald worden.

Opmerking 3: voor de bepaling van de volumedichtheid moet de fractie > 20 mm verfijnd en aan de analyseportie toegevoegd worden.

Opmerking 4: de deeltjesgrootte mag ingeschat worden op basis van een visuele beoordeling.

Opmerking 5: enkel voor compost

Figuur 1 Monstervoorbehandeling van vaste en pasteuze monsters (inclusief compost) voor gebruik als meststof of bodemverbeterend middel

5 VOORBEELDEN

5.1 VOORBEELDEN VAN VASTE MONSTERS



Figuur 3 GFT compost van vergisting - homogenisatie door omzetten



Figuur 4 Gedroogd digestaat met mest - homogenisatie door omzetten



Figuur 5 Dikke fractie digestaat zonder mest - homogenisatie door omzetten



Figuur 6 OBA-mest - homogenisatie door omzetten

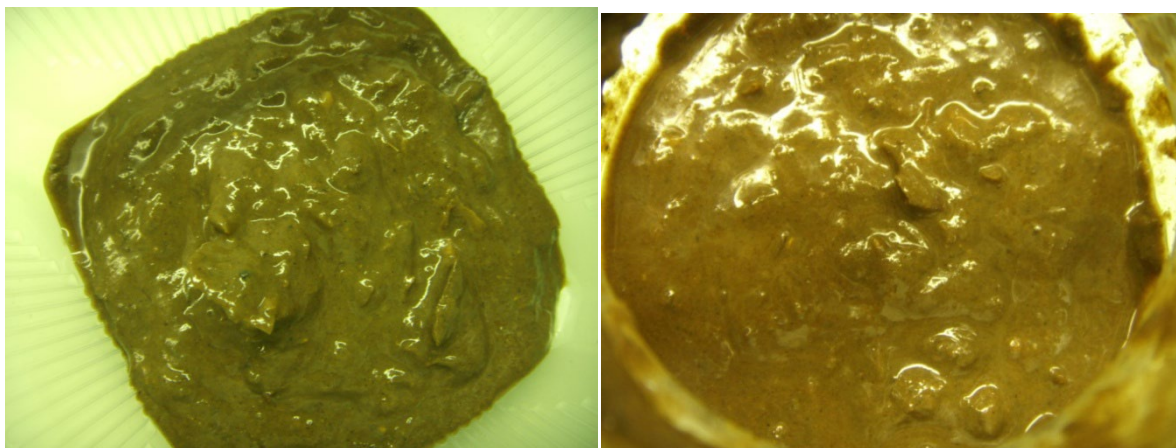
5.2 VOORBEELDEN VAN PASTEUZE MONSTERS



Figuur 7 Aardappelzetmeel - homogenisatie na uitspreiden in schaal

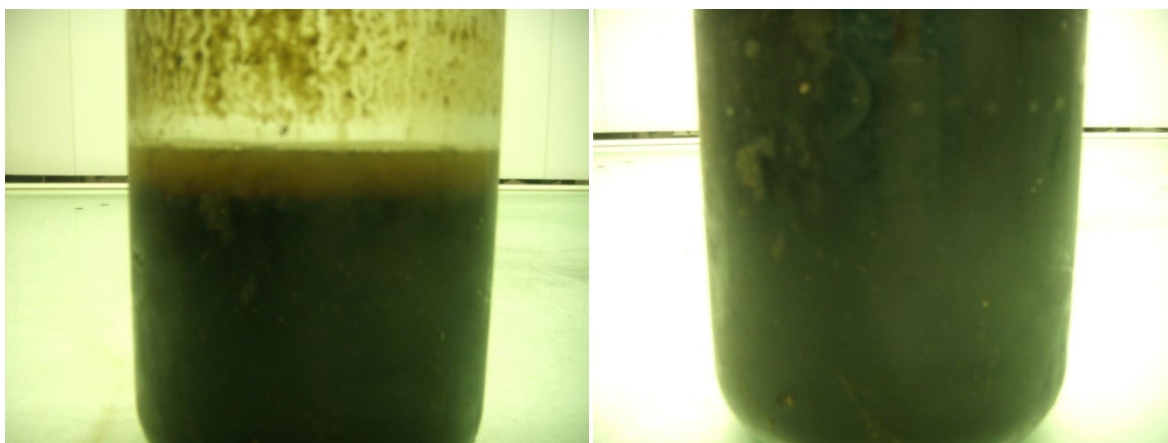


Figuur 8 OBA-mix dierlijke stromen – links: zonder voorbehandeling, rechts: na mixen



Figuur 9 OBA-mix plantaardige stromen – as such, te mixen voor deelmonsternamen

5.3 VOORBEELDEN VAN VLOEIBARE MONSTERS



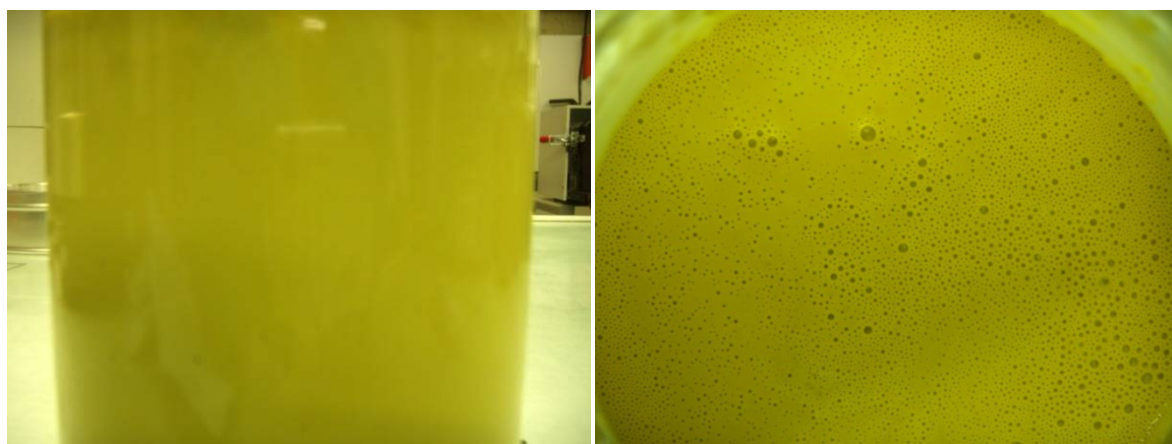
Figuur 10 Ruw digestaat zonder mest – links: zonder voorbehandeling, rechts: na mixen



Figuur 11 Ruw digestaat met mest (droge stof gehalte van $\pm 10\%$) – as such, te mixen voorafgaandelijk aan deelmonsternamen



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



Figuur 14 Effluent na biologie mest+digestaat (droge stof gehalte van $\pm 1\%$)

6 REFERENTIES

- EN 13040: 2007 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