Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

Ontsluiting voor de bepaling van geselecteerde elementen in water – salpeterzuurontsluiting

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025
http://www.emis.vito.be

INHOUD

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED 4

2 PRINCIPE 4

3 OPMERKINGEN 5

4 APPARATUUR EN MATERIAAL 5

4.1 Apparatuur 5

4.2 Materiaal 6

5 REAGENTIA en OPLOSSINGEN 6

5.1 Reagentia 6

6 PROCEDURE 6

6.1 Monstervoorbereiding 6

6.2 Ontsluiting in een open systeem 7

6.3 Ontsluiting in een gesloten systeem 7

6.4 Overbrengen van het monster 7

7 KWALITEITSCONTROLE 8

8 REFERENTIES 8

BIJLAGE A Ontsluiting in een open systeem met elektrische verwarming 9

A.1 Principe 9

A.2 Apparatuur 9

A.3 Procedure 9

BIJLAGE B Ontsluiting in een open microgolfovensysteem 11

B.1 Principe 11

B.2 Apparatuur 11

B.3 Procedure 11

BIJLAGE C Ontsluiting in een gesloten microgolfovensysteem 13

C.1 Principe 13

C.2 Apparatuur 13

C.3 Procedure 13

C.4 Procedure om de relatie tussen microgolfoven vermogen en temperatuur te bepalen bij vermogen-gecontroleerde systemen met drukmeting 14

C.4.1 Vermogenscalibratie 14

C.4.2 Temperatuurscalibratie 15

emis

BIJLAGE D Ontsluiting in een gesloten systeem met autoclaaf _____ **17**

D.1 Principe *17*

D.2 Apparatuur *17*

D.3 Procedure *17*

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

emis

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025
http://www.emis.vito.be

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft een methode voor de extractie van spoorelementen uit een waterstaal (bijvoorbeeld grond-, drink-, oppervlakte- en afvalwater) gebruik makend van salpeterzuur als ontsluitingsmedium.
De methode is toepasbaar op alle types van water met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050).

De salpeterzuurontsluitingsmethode is geen totaalontsluiting en zal dus niet alle elementen volledig vrijzetten. Maar voor de meeste milieutoepassingen voldoet ze.

De salpeterzuurontsluitingsmethode is toepasbaar voor de vrijzetting van: Al*, As, B, Ba*, Be*, Ca, Cd, Co, Cr*, Cu, Fe*, Hg, K, Mg*, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Se, Sr, Tl, U, V*, Zn. De asterix geeft aan dat er lagere waardes gevonden kunnen worden in vergelijking met de aqua regia ontsluiting (zie WAC/III/B/002). De methode is ook bruikbaar voor de ontsluiting van Ag als het monster onmiddellijk na de ontsluiting wordt gestabiliseerd.
De methode is niet geschikt voor de ontsluiting van Sb en Sn en voor verbindingen zoals SiO_2 , TiO_2 en Al_2O_3 (voor de ontsluiting van TiO_2 wordt verwezen naar Annex E van WAC III/B/002).

De methode is generisch en kan gebruikt worden met verschillende technieken, op voorwaarde dat:
- de samenstelling van de ontsluiting (verhouding monster/zuren) ongewijzigd blijft,
- de ontsluitingstemperatuur gekend is,
- de ontsluitingstijd in overeenstemming is met de temperatuur.

2 PRINCIPE

Het monster wordt ontsloten met salpeterzuur bij een welbepaalde temperatuur. De temperatuur is minstens het kookpunt (103 °C bij 101,3 kPa) en maximaal 175 °C. Bij het kookpunt is de minimale ontsluitingstijd 120 minuten, de maximumduur van de ontsluiting is vastgelegd op 480 minuten. Zowel de minimum- en de maximumduur halveren bij elke stijging van de ontsluitingstemperatuur van 15 °C.
Bij de ontsluiting worden zowel de metalen die organisch als anorganisch gebonden zijn vrijgezet en omgezet in oplosbare zouten, zodat ze aansluitend kunnen gemeten worden.
Indien nodig wordt de oplossing na ontsluiting nog gefiltreerd.

Bij een ontsluitingstijd (Δt), uitgedrukt in minuten, zal de ontsluitingstemperatuur (T_d), uitgedrukt in °C, steeds aan volgende vergelijking voldoen:

$$206{,}6 - 21{,}64 * \ln(\Delta t) < T_d < 236{,}6 - 21{,}64 * \ln(\Delta t)$$

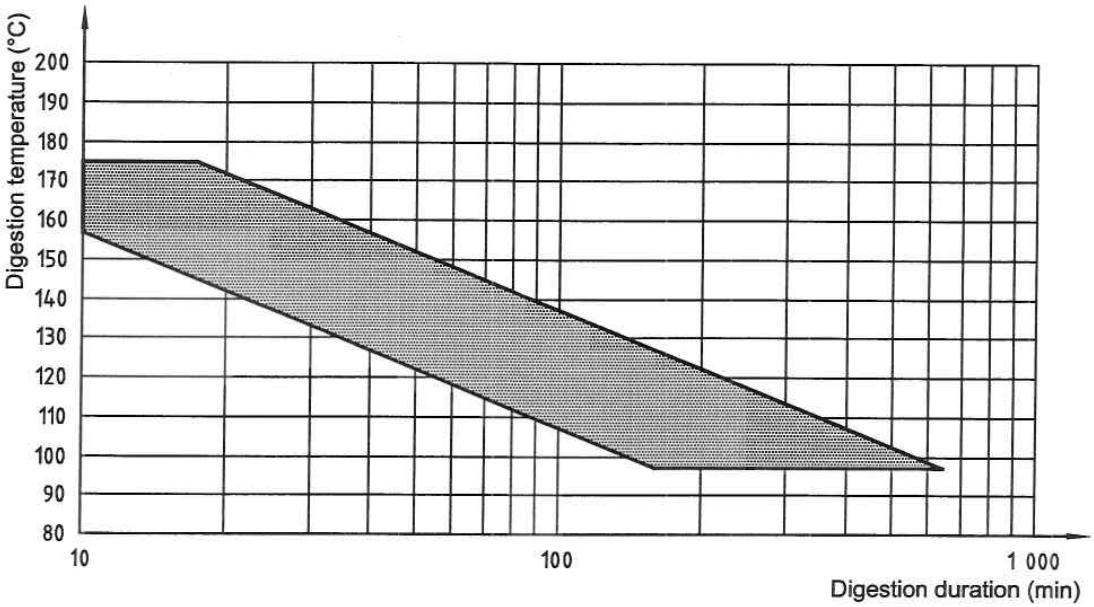
Hieronder is een tabel en een grafiek weergegeven met de toegestane ontsluitingsduur en –temperaturen.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

Tabel 1: Min en max ontsluitingstemp Td bij een ontsluitingstijd Δt

Ontsluitingstijd (min)	Minimum ontsluitingstemp. (°C)	Maximum ontsluitingstemp. (°C)
10	157	175
20	142	172
40	127	157
60	118	148
90	109	139
120	103	133
150	98	128
180	94	124
240	88	118
300	83	113



Grafiek 1: Ontsluitingstemperaturen i.f.v. ontsluitingstijden

3 OPMERKINGEN

- Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- Na een ontsluiting worden de ontsluitingsrecipiënten steeds gereinigd door ze te wassen met een weinig HNO_3 en ze daarna te spoelen met ultra puur water.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

4.1.1 Verwarmingstoestel, dit kan een elektrische verwarming, verwarmbare destructieblok, een microgolfoven of een autoclaaf zijn

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

4.2 MATERIAAL

4.2.1 Ontsluitingsrecipiënten, deze moeten temperatuur- en drukresistent zijn en geschikt zijn om het monster-zuurmengsel te kunnen bevatten
4.2.2 Maatkolven van 50 of 100 ml
4.2.3 Refluxkoelers, bij gebruik van een open ontsluitingssysteem
4.2.4 Absorptievaatjes, om vluchtige componenten (zoals Hg) te kunnen capteren bij een open ontsluiting, ze worden gevuld met verdund salpeterzuur of verdunde aqua regia
4.2.5 Kooksteentjes of ruwe glazen parels

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 REAGENTIA

5.1.1 Ultra puur water, voldoende aan de eisen van ISO 3696 grade 2 water (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m^{-1}, equivalent met een weerstand groter dan 0,01 MΩ m bij 25 °C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een waterzuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan 0,18 MΩ m (doorgaan door leveranciers uitgedrukt als 18 MΩ cm)
5.1.2 Ammoniakoplossing, 25 %m/m
5.1.3 Salpeterzuur, c(HNO_3) = 15,8 mol/l, ρ = 1,2 kg/l, 65 %m/m
5.1.4 Antischuimingsmiddel, bijvoorbeeld n-dodecaan ($C_{12}H_{26}$)

6 PROCEDURE

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

6.1 MONSTERVOORBEREIDING

Breng ongeveer nauwkeurig 25,0 ml ± 0,1 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij 6,25 ml ± 0,1 ml salpeterzuur (5.1.3). Het kookpunt van dit mengsel is gelijk aan 103 °C bij 101,3 kPa.

Opmerking: De digestieprocedure is gebaseerd op een testportie van 25.0 ml ± 0.1 ml. Elke testportie groter dan 20 ml is toegestaan, mits het volume van het gebruikte zuur evenredig wordt aangepast.

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (5.1.4) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Als het een open ontsluiting betreft, ga dan verder met punt 6.2, indien het een gesloten ontsluiting betreft, ga dan verder met punt 6.3.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

6.2 ONTSLUITING IN EEN OPEN SYSTEEM

Sluit het ontsluitingsrecipiënt (4.2.1) aan op de refluxkoeler (4.2.3) en sluit het absorptievaatje (4.2.4) aan.

Opmerking: Het gebruik van een verwarmbare destructieblok is toegestaan. De destructiebuizen worden tijdens de ontsluiting afgesloten met een schroefdop (vastdraaien en ½ slag terug losdraaien om drukopbouw te vermijden). De digestie wordt uitgevoerd bij (105 ± 5)°C gedurende minstens 2 uur.

Plaats alles in het verwarmingstoestel en verhoog de temperatuur tot aan het kookpunt.

Houd deze temperatuur minstens 2 uur aan.

Laat na de ontsluiting alles afkoelen en voeg daarna de inhoud van het absorptievaatje, indien het gebruikt is, bij het ontsluitingsrecipiënt.
Als Ag bepaald moet worden, voeg dan na afkoelen onmiddellijk 30 ml van de ammoniakoplossing (5.1.2) toe.

Spoel het absorptievaatje en de refluxkoeler na met ultra puur water en voeg alles bij in het ontsluitingsrecipiënt.

Ga dan verder met punt 6.4.

Voorbeelden van open ontsluitingssystemen zijn gegeven in Annex A en B.

6.3 ONTSLUITING IN EEN GESLOTEN SYSTEEM

Sluit het ontsluitingsrecipiënt en weeg het, en plaats het in het verwarmingstoestel.

Verwarm tot een temperatuur T_d van minimum het kookpunt (103°C bij 101,3 kPa) en maximum 175 °C.

De ontsluitingstijd Δt is minstens 10 min en maximaal 480 min. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun respectievelijke minimum en maximum ontsluitings-temperaturen.

Laat na de ontsluiting het recipiënt afkoelen, en weeg het vervolgens opnieuw.
Indien het massaverlies bij dit monster minder is dan het massaverlies van een referentiestandaard die nog goede resultaten gaf, kan er worden verder gewerkt met dit monster.

Opmerking: Het wegen van het ontsluitingsrecipiënt vóór en na ontsluiting is facultatief.

Ga nu verder met punt 6.4.

Voorbeelden van gesloten ontsluitingssystemen zijn gegeven in Annex C en D.

6.4 OVERBRENGEN VAN HET MONSTER

Breng de ontsloten monsters kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.
Leng aan tot de maatstreep.
Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

7 KWALITEITSCONTROLE

Per reeks monsters die ontsloten worden wordt er steeds een procedureblanco ontsloten. Dit is een volume ultra puur water dat de hele ontsluitingsprocedure doorloopt.
Hierdoor wordt de zuiverheid van de zuren en eventuele andere contaminaties gecontroleerd.

De performantie van de ontsluitingsprocedure kan nagegaan worden door:

- een gecertificeerd referentiemateriaal te ontsluiten om zo te controleren op ontsluitingsrendement, juistheid en reproduceerbaarheid
- een controlemonster te ontsluiten en zo de reproduceerbaarheid na te gaan
- reële monsters te spiken met een gekende hoeveelheid analiet

Afhankelijk van het type ontsluitingssysteem dient minstens 1x per jaar volgende controle/kalibraties te worden uitgevoerd:
- vermogen- en temperatuurskalibratie van microgolfovensystemen
- temperatuurscontrole van destructiebloksystemen

De controle/kalibratie-eis dient te voldoen aan de specificaties van de fabrikant.

8 REFERENTIES

- NBN-EN-ISO 15587-2: Water - Ontsluiting voor de bepaling van geselecteerde elementen in water - Deel 2 : Ontsluiting met salpeterzuur (ISO 15587-1:2002)

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

BIJLAGE A
ONTSLUITING IN EEN OPEN SYSTEEM MET ELEKTRISCHE VERWARMING

A.1 Principe

Een watermonster, met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050), wordt ontsloten door te koken met salpeterzuur onder refluxcondities met behulp van elektrische verwarming gedurende minimaal 2 uur en maximaal 8 uur.

A.2 Apparatuur

Borosilicaatglas is onder normale omstandigheden bruikbaar voor de ontsluiting van watermonsters. Als er echter lage concentraties uitloogbare elementen moeten worden geanalyseerd (bijvoorbeeld B, Na, K en Al) kunnen andere materialen gebruikt worden. Zoals kwarts (hoge temperaturen) en polyetheen of polypropeen (lage temperaturen).

A.2.1 Ontsluitingsrecipiënt, gemaakt van borosilicaatglas en met een nominaal volume van 100 ml
A.2.2 Refluxkoeler, gemaakt van borosilicaatglas, watergekoeld en met een minimale lengte van 200 mm
A.2.3 Kooksteentjes of ruwe glazen parels
A.2.4 Verwarmingstoestel
A.2.5 Maatkolven van 100 ml

A.3 Procedure

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

Breng ongeveer nauwkeurig 40,0 ml ± 0,2 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij kooksteentjes of glazen parels.

Voeg hierbij 10,0 ml ± 0.2 ml salpeterzuur (5.1.3).

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (5.1.4) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Sluit het ontsluitingsrecipiënt (4.2.1) aan op de refluxkoeler (4.2.3).

Plaats alles in het verwarmingstoestel en verhoog de temperatuur langzaam tot aan het kookpunt. Zorg ervoor dat de condensatiezone in de refluxkoeler niet hoger komt dan één derde van de hoogte van de koeler.

Houd deze temperatuur minstens 2 uur en maximum 8 uur aan.

Laat na de ontsluiting alles afkoelen. Spoel de refluxkoeler na met ultra puur water en voeg alles bij in het ontsluitingsrecipiënt.

Breng het ontsloten monster kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.
Leng aan tot de maatstreep.
Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025
http://www.emis.vito.be
emis

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

BIJLAGE B
ONTSLUITING IN EEN OPEN MICROGOLFOVENSYSTEEM

B.1 Principe

Een watermonster, met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050), wordt ontsloten door te koken met salpeterzuur onder refluxcondities in een microgolfoven gedurende minimaal 2 uur en maximaal 8 uur.

B.2 Apparatuur

Borosilicaatglas is onder normale omstandigheden bruikbaar voor de ontsluiting van watermonsters. Als er echter lage concentraties uitloogbare elementen moeten worden geanalyseerd (bijvoorbeeld B, Na, K en Al) kunnen andere materialen gebruikt worden. Zoals kwarts (hoge temperaturen) en polyetheen of polypropeen (lage temperaturen).

B.2.1 Ontsluitingsrecipiënt, gemaakt van borosilicaatglas en met een nominaal volume van 50 ml
B.2.2 Refluxkoeler, gemaakt van borosilicaatglas
B.2.3 Ruwe glazen parels
B.2.4 Microgolfoven
B.2.5 Maatkolven van 50 of 100 ml

B.3 Procedure

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

Breng ongeveer nauwkeurig 20,0 ml ± 0,1 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij de glazen parels.

Voeg hierbij 5,0 ml ± 0,1 ml salpeterzuur (5.1.3).

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (5.1.4) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Sluit het ontsluitingsrecipiënt (4.2.1) aan op de refluxkoeler (4.2.3).

Plaats alles in de microgolfoven en verwarm tot aan het kookpunt.

Houd deze temperatuur minstens 2 uur en maximum 8 uur aan.

Laat na de ontsluiting alles afkoelen. Spoel de refluxkoeler na met ultra puur water en voeg alles bij in het ontsluitingsrecipiënt.

Breng het ontsloten monster kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.
Leng aan tot de maatstreep.
Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025
http://www.emis.vito.be

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

BIJLAGE C
ONTSLUITING IN EEN GESLOTEN MICROGOLFOVENSYSTEEM

C.1 Principe

Een watermonster, met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050), wordt ontsloten door met salpeterzuur te verwarmen in een microgolfoven. De minimale ontsluitingstemperatuur is het kookpunt van de oplossing (103 °C bij 101,3 kPa) en de maximale temperatuur is 175°C. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun bijbehorende temperaturen.

C.2 Apparatuur

C.2.1 Ontsluitingsrecipiënt, gemaakt van een inert materiaal (bijvoorbeeld PTFE of kwarts) en met een nominaal volume van 100 ml
C.2.2 Microgolfoven, temperatuurs- of vermogen instelbaar in combinatie met drukmeting
C.2.3 Maatkolven van 50 of 100 ml
C.2.4 Thermometer, gecalibreerd minstens over het gebied van 10 °C tot 50 °C, afleesbaar tot op 0,1 °C.

C.3 Procedure

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

Breng ongeveer nauwkeurig 20,0 ml ± 0,1 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij 5,0 ml ± 0,1 ml salpeterzuur (5.1.3).

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (5.1.4) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Sluit het ontsluitingsrecipiënt en weeg het, en plaats het in de microgolfoven.

Verwarm tot een temperatuur T_d van minimum het kookpunt (103°C bij 101,3 kPa) en maximum 175 °C.

De ontsluitingstijd Δt is minstens 10 min en maximaal 480 min. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun respectievelijke minimum en maximum ontsluitings-temperaturen. Kies de ontsluitingstijden en –temperaturen zodanig dat er steeds binnen het grijs gekleurde gebied van grafiek 1 gewerkt wordt.

Laat na de ontsluiting het recipiënt afkoelen, en weeg het vervolgens opnieuw.
Indien het massaverlies bij dit monster minder is dan het massaverlies van een referentiestandaard die nog goede resultaten gaf, kan er worden verder gewerkt met dit monster.

Opmerking: Het wegen van het ontsluitingsrecipiënt vóór en na ontsluiting is facultatief.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

Breng het ontsloten monster kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.
Leng aan tot de maatstreep.
Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.

C.4 Procedure om de relatie tussen microgolfoven vermogen en temperatuur te bepalen bij vermogen-gecontroleerde systemen met drukmeting

Verschillende gesloten microgolfoven systemen zijn eerder vermogen-gecontroleerd dan temperatuurs-gecontroleerd. Deze toestellen hebben wel de mogelijkheid om de druk op het ontsluitingsrecipiënt te meten.
Hieronder zijn de procedures beschreven om de relatie tussen vermogen en temperatuur te bepalen.

C.4.1 Vermogenscalibratie

De vermogenscalibratie moet periodiek (minstens 1x per jaar) uitgevoerd worden en dient te voldoen aan de specificaties van de leverancier.

De calibratie methode die nodig is hangt af van het type elektronisch systeem dat door de producent wordt gebruikt om lage vermogens te genereren. Maar weinig systemen hebben een accurate lineaire relatie tussen percentages uitgaand vermogen en geabsorbeerd vermogen. Indien lineaire circuits werden gebruikt kan de calibratiecurve worden opgesteld door een twee-punts-calibratie. Anders is er een meer-punts-calibratie vereist.
Bij een meer-punts-calibratie wordt het geabsorbeerde vermogen bepaald aan de hand van een reeks verschillende vermogensinstellingen. Waarbij er een concentratie van punten wordt genomen in het werkingsgebied. Non-lineariteit komt vaak voor in het hogere gedeelte van de calibratie.

Om te bepalen of er al dan niet een twee-punts- of een meer-punts-calibratie gebruikt moet worden wordt volgende methode toegepast.
Meet het vermogen bij 100 % en 50 % zoals hieronder wordt beschreven. Bereken de vermogensinstelling overeenstemmend met het vereiste vermogen uit de calibratie. Meet het geabsorbeerde vermogen bij die partiële vermogensinstelling. Het geabsorbeerde gemeten vermogen mag maar maximaal 50 W verschillen met het ingestelde vermogen, indien het meer is moet de meer-punts-calibratie gebruikt worden.

Het geabsorbeerde vermogen wordt als volgt bepaald:

Breng een hoeveelheid water, bijvoorbeeld 1000 g, op kamertemperatuur in een beker die niet significant microgolfstralen absorbeert (polyetheen of polypropeen, géén glas).

Meet de temperatuur tot op ± 0,1 °C.

Plaats de beker in de microgolfoven, op een plaats waar de monsters zich ook bevinden.

Laat de microgolfoven op een bepaald specifiek vermogen werken gedurende een bepaalde periode (bijvoorbeeld 2 min).

http://www.emis.vito.be

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

Verwijder de beker en roer goed.

Meet de temperatuur tot op ± 0,1 °C.

Bepaal het vermogen P, uitgedrukt in Watt, met volgende vergelijking:

$$P = \frac{\Delta T * m * c_p}{t}$$

Waarbij:

ΔT	het verschil in temperatuur is, uitgedrukt in °C, tussen begin- en eindtemperatuur,
m	de massa water uitgedrukt in g,
c_p	de specifieke warmtecapaciteit bij constante druk voor water [= 4,18 J/(g*°C)],
t	de tijd, uitgedrukt in seconden.

C.4.2 Temperatuurscalibratie

Meet, bij constante kamertemperatuur T_a, de ontsluitingsdruk p, uitgedrukt in kPa, bij verschillende vermogensinstellingen. Gebruik makend van 25,0 ml ± 0,1 ml ultra puur water gemengd met dezelfde volumes zoutzuur en salpeterzuur gebruikt bij de ontsluiting.

Gebruik alle posities in de oven en gebruik een identiek monster voor alle posities.

Bereken de ontsluitingstemperatuur T_d, uitgedrukt in °C, overeenkomstig met de druk p, uitgedrukt in kPa, van de verdunde aqua regia met behulp van volgende vergelijking:

$$T_d = 38{,}9 + 3{,}00*(\ln p)^2$$

Bepaal voor elke vermogensinstelling het corresponderende microgolfvermogen met behulp van de vergelijking uit C.4.1.

Zet voor de calibratie de ontsluitingstemperatuur uit in functie van het microgolfvermogen.

De temperatuurscalibratie moet steeds gere-evalueerd worden als er een wijziging gebeurt in het microgolfovensysteem. Dit kan zijn, een ander type ontsluitingsrecipiënt, een andere monster/zuur-verhouding of een ander ontsluitingsvolume.

Het bepalen van de relatie tussen de temperatuur en het vermogen voor de monsterontsluiting wordt steeds als volgt opgebouwd:

Kies de ontsluitingstemperatuur T_d.
Bereken het benodigde vermogen voor deze temperatuur aan de hand van de hierboven opgestelde temperatuurscalibratie.
Bereken de vermogensinstelling aan de hand van de vergelijking uit C.4.1.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

Opmerkingen:

- De procedure is enkel bruikbaar voor temperaturen lager dan 120 °C, wegens de invloed van de uitzetting van de lucht in het ontsluitingsrecipiënt.

- Vermogengecontroleerde microgolfenergie doet de ontsluitingstemperatuur stijgen boven kamertemperatuur. Hierdoor is de temperatuurscalibratie enkel geldig voor de kamertemperatuur tijdens de calibratie. Indien de kamertemperatuur tijdens de ontsluitingen verschilt, zal de actuele temperatuur $T_{a,monster} - T_{a,cal}$ hoger zijn dan berekend. Controleer dan of de ontsluitingscondities nog binnen het gebied in grafiek 1 vallen.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025

http://www.emis.vito.be

BIJLAGE D
ONTSLUITING IN EEN GESLOTEN SYSTEEM MET AUTOCLAAF

D.1 Principe

Een watermonster, met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050), wordt ontsloten door met salpeterzuur te verwarmen in een microgolfoven. De minimale ontsluitingstemperatuur is het kookpunt van de oplossing (103 °C bij 101,3 kPa) en de maximale temperatuur is 175°C. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun bijbehorende temperaturen.

D.2 Apparatuur

D.2.1 Ontsluitingsrecipiënt, gemaakt van een inert materiaal (bijvoorbeeld PTFE of kwarts) en met een nominaal volume van 100 ml

D.2.2 Autoclaaf, drukinstelbaar zodat er in het temperatuursgebied van 103 °C tot 175 °C gewerkt kan worden

D.2.3 Maatkolven van 50 of 100 ml

D.3 Procedure

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

Breng ongeveer nauwkeurig 40,0 ml ± 0,2 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij 10,0 ml ± 0,2 ml salpeterzuur (5.1.3).

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (5.1.4) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Sluit het ontsluitingsrecipiënt en weeg het, en plaats het in de autoclaaf.

Stel de druk in tot op de waarde gelijk aan de gasdruk van water bij de ontsluitingstemperatuur T_d.

De ontsluitingstijd Δt is minstens 10 min en maximaal 480 min. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun respectievelijke minimum en maximum ontsluitings-temperaturen. Kies de ontsluitingstijden en –temperaturen zodanig dat er steeds binnen het grijs gekleurde gebied van grafiek 1 gewerkt wordt.

Laat na de ontsluiting het recipiënt afkoelen, en weeg het vervolgens opnieuw.
Indien het massaverlies bij dit monster minder is dan het massaverlies van een referentiestandaard die nog goede resultaten gaf, kan er worden verder gewerkt met dit monster.

Breng het ontsloten monster kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.
Leng aan tot de maatstreep.
Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.

Ministerieel besluit van 29 april 2025 --- Belgisch Staatsblad van 07 mei 2025
http://www.emis.vito.be