

Monstervoorbehandeling van asbest in afvalwater

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Principe	3
3	Opmerkingen	3
4	Apparatuur en materiaal	3
4.1	<i>Apparatuur</i>	3
4.2	<i>Materiaal</i>	3
5	Monstervoorbehandeling	4
5.1	<i>Filtreren van het monster</i>	4
5.2	<i>Analyse van de filter en filterkoek</i>	4
6	Berekening	4
Bijlage A: uitgevoerde experimenten		5
A.1	<i>Aanmaak simulaat afvalwaters</i>	5
A.2	<i>Filtratie simulaat afvalwaters</i>	5
A.3	<i>Verassen filterkoek</i>	7
A.4	<i>Suspenderen asrest</i>	8

1 TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure beschrijft de stappen in de voorbehandeling van afvalwaters voor de bepaling van asbest.

2 PRINCIPE

Bij de bepaling van de fractie respirabele asbest in afvalwater is de te behalen detectielimiet afhankelijk van:

- Het volume monster
- De diameter van de filter gebruikt bij de bepaling
- Het onderzocht beeldoppervlak bij de bepaling

Een detectielimiet van 25 respirabele vezels per liter (v/l) vereist een monstervolume van minimaal 10l bij een filterdiameter van 22,025 mm en een onderzocht beeldoppervlak van 5 mm².

Bij de analyse worden alle fracties aan asbest meegenomen, niet alleen de respirabele.

De voorbehandeling van het monster vraagt een opconcentrering van de asbestvezels door een reductie van het volume water. De eigenlijke analyse gebeurt daarna volgens NEN 5898.

3 OPMERKINGEN

- Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

- 4.1.1 filtreerapparatuur, geschikt voor filtratie bij verhoogde druk (minimaal 0,3 MPa; 3 bar) en voor filters met diameter 142 mm
- 4.1.2 (analytische) balans met een meetnauwkeurigheid beter dan ± 100 g

4.2 MATERIAAL

- 4.2.1 niet eerder gebruikte membraanfilters met diameter 142 mm voor de filtreerapparatuur met een poriëngrootte van 0,45 μ m. De membraanfilters bestaan uit geregenereerd cellulose (bijv. S&S RC55 of vergelijkbare kwaliteit), celluloseacetaat.

5 MONSTERVOORBEHANDELING

5.1 FILTREREN VAN HET MONSTER

Bepaal het volume monster door weging op 100 ml nauwkeurig.

Opmerking 1: Indien het gewicht van het monsternamereciënt niet werd gemeten voor de monstername, wordt dit gemeten na de filtratie en grondige droging van het reciënt. Hierbij moet al het vast materiaal uit het reciënt zijn gespoeld tijdens de filtratiestap.

Filtreer het volledige monster over een Mixed Cellulose Ester filter (MCE filter) van 0,45 µm.

Opmerking 2: Vermijd morsverliezen bij het vullen van de filtreerapparatuur. Het gebruik van een trechter en een beker worden aangeraden. Zowel de trechter als de beker worden in het monsterreciënt geplaatst tussen vullingen van het filtreerapparaat.

Spoel al het gebruikte materiaal en het monsterreciënt na met water van drinkwaterkwaliteit om alle resten van vast materiaal te verwijderen. Filtreer het spoelwater over dezelfde membraanfilter en verwijder de filter met filterkoek uit het filtreerapparaat.

Opmerking 3: Vermijd verlies aan filterkoek bij het openen van de filterapparatuur.

Indien de filtratie moet worden uitgevoerd over meerdere filters, worden de verschillende filterkoeken van 1 monster samengevoegd en als 1 geheel geanalyseerd.

5.2 ANALYSE VAN DE FILTER EN FILTERKOEK

De filterkoek(en) worden aangeboden voor analyse volgens NEN 5898, met volgende aanpassing: voor de bepaling van de fractie respirabele asbestvezels met SEM/RMA volgens ISO 14966, moet minstens 5 mm² van het beeldoppervlak worden onderzocht.

Het volume van het monster moet worden meegedeeld om de berekening van de asbestconcentratie in het monster mogelijk te maken.

6 BEREKENING

Op basis van het drooggewicht van de filterkoek(en) en het originele volume aan monster, kan de concentratie in het afvalwater worden bepaald:

$$C_{\text{afvalwater}} [\text{mg/l}] = C_{\text{filterkoek}} [\text{mg/kg}] \times \text{drooggewicht filterkoek(en)} [\text{kg}] / \text{volume monster [l]}$$

BIJLAGE A: UITGEVOERDE EXPERIMENTEN

Bij het opstellen van de procedure voor monsternamen en monstervoorbehandeling van asbest in afvalwater, werden een aantal voorbereidende testen uitgevoerd. Onderstaand worden de verschillende stappen van deze voorbereidende testen besproken.

A.1 Aanmaak simulaat afvalwaters

Voor het uitvoeren van de voorbereidende testen werden 3 simulaat afvalwaters aangemaakt door het mengen van bodem in 25l water:

- Monster 1: zandige bodem
- Monster 2: bodem van een wortelzone
- Monster 3: 50/50 mengsel van beide vorige

De zo bekomen simulaat afvalwaters werden verdeeld over drie stalen:

- Monstercode A: pot van 2l
- Monstercode B: emmer van 10l
- Monstercode C: emmer van 10l

Op deze manier werden 9 monsters aangemaakt. Van elk van deze monsters werd direct een deelmonster genomen om het droge stof gehalte te bepalen volgens CMA/2/l/A.3 (droging bij 105°C, gedurende 22u). Onderstaande tabel geeft een overzicht van de bekomen droge stofgehalten:

Staal	DS (mg/l)	Staal	DS (mg/l)	Staal	DS (mg/l)
1A	0,439	2A	0,569	3A	0,782
1B	0,678	2B	0,843	3B	0,850
1C	1,194	2C	0,990	3C	0,808

A.2 Filtratie simulaat afvalwaters

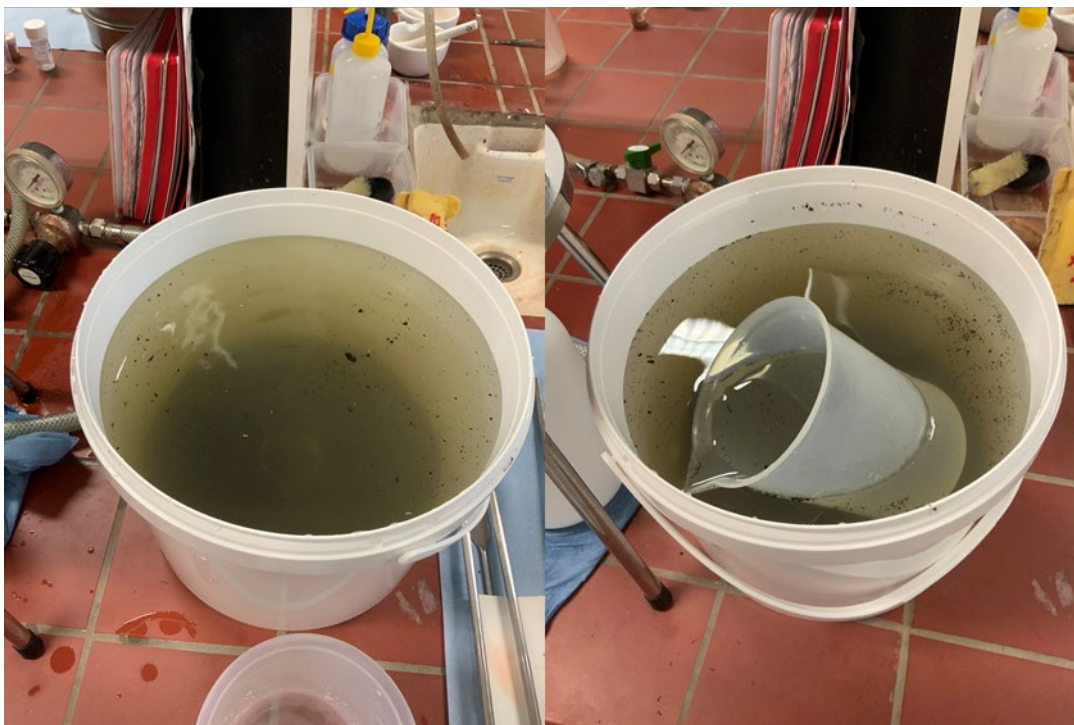
Voor de eigenlijke filtratie werd van elk monster het gewicht bepaald waarna de negen monsters werden gefiltreerd in een drukfiltratiesysteem over een MCE filter. Bij het filtreren werd genoteerd hoeveel tijd nodig was om elk monster te filtreren.

Onderstaande tabel geeft een overzicht van het monstervolume en de nodige tijd om het monster te filtreren:

Staal	Volume (l)	Filtr. Tijd (min)	Staal	Volume (l)	Filtr. Tijd (min)	Staal	Volume (l)	Filtr. Tijd (min)
1A	1,9	10	2A	1,9	7	3A	1,9	6
1B	9,7	23	2B	10,2	21	3B	10,5	33
1C	8,5	21	2C	9,6	32	3C	8,7	22

Bij het filtreren werd vastgesteld dat het overgrote deel van de vaste deeltjes al was bezonken. Bij de start van elke filtratie kon daarom eerst de bovenstaande vloeistof worden gefiltreerd waarna de vaste deeltjes werden gesuspenderd om mee te worden gefiltreerd.

Onderstaande foto's geven een beeld van de emmers bij start van de filtratie.



Bevindingen:

- Niet alleen de hoeveelheid materiaal in suspensie maar ook de vorm/textuur bepaalt de vlotheid van filteren.
- Bij de uitgevoerde testen kon elk monster over 1 filter worden gefiltreerd.
- Bij de monsters van 10l was een duidelijk merkbare verslechtering van filteren vast te stellen nadat 8l was gefiltreerd.
- Naspoelen van het monsterrecipiënt en de gebruikte beker en trechter zijn noodzakelijk om al het vast materiaal op de filter te krijgen.

Onderstaande tabel geeft een overzicht van de nodige filtratietijden:

Staal	Filtratietijd		Staal	Filtratietijd		Staal	Filtratietijd	
	(min)	(min/l)		(min)	(min/l)		(min)	(min/l)
1A	10,0	5,4	2A	7,0	3,7	3A	6,0	3,2
1B	23,0	2,4	2B	21,0	2,0	3B	33,0	3,1
1C	21,0	2,5	2C	32,0	3,3	3C	22,0	2,5

Tijd nodig om monster te filteren varieert afhankelijk van het monster:

- Uit testen
 - o Ong. 20 tot 35 minuten voor 10l (= $DL_{\text{theor}} 50$ v/l)
 - o Ong. 40-45 tot 60-65 minuten voor 20l (= $DL_{\text{theor}} 25$ v/l)
- Berekend op basis van gemiddelden

Staalvolume (l)	DL (v/l)	Tijd voor filteren	
		(min)	(min afr)
2	250	8,1	10
10	50	26,5	30
20	25	54,3	60

- Deze tijden zijn:
 - o Excl. klaarzetten materiaal en opruimen labo
 - o Zonder veiligheidsmaatregelen asbest (monster zonder asbest aangemaakt)

A.3 Verassen filterkoek

Voor de eigenlijke verassing van de filterkoek, werd deze gedroogd als controle van het droge stofgehalte dat werd bepaald voor elk van de monsters.

Onderstaande tabel geeft een overzicht van de vergelijking van de droge stof gehalten:

Staal	Droge stofgehalte		gewicht filterkoek		
	CMA/2/I/A.3 (mg/l)	filterkoek (mg/l)	verwacht (mg)	gemeten (mg)	fout (%)
1A	0,44	1,27	0,820	2,370	35%
2A	0,57	1,12	1,085	2,140	51%
3A	0,78	1,42	1,473	2,670	55%
1B	0,68	0,92	6,603	8,930	74%
1C	1,19	3,60	10,089	30,410	33%
2B	0,84	1,44	8,632	14,750	59%
2C	0,99	3,88	9,457	37,100	25%
3B	0,85	3,17	8,942	33,320	27%
3C	0,81	3,57	7,043	31,120	23%

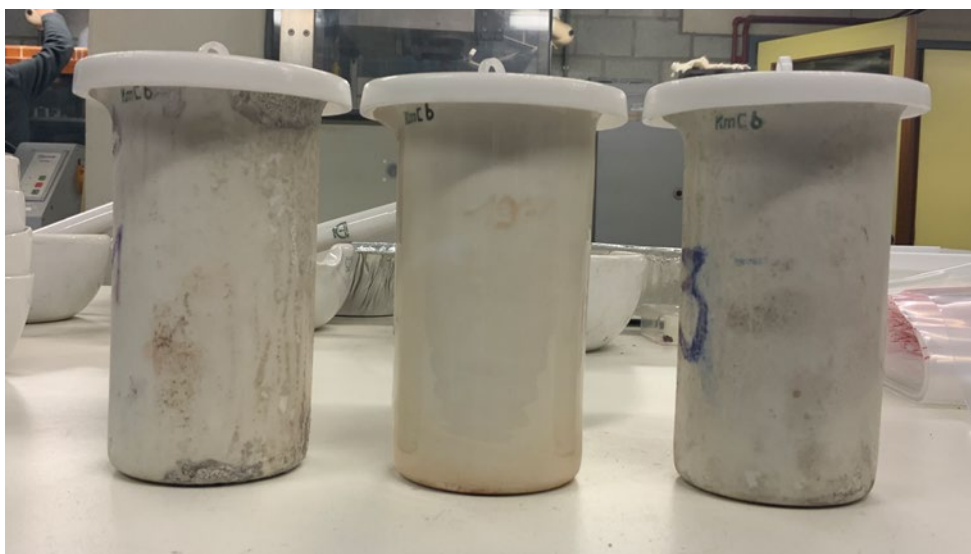
Hieruit blijkt dat de droge stof bepaling op het deelmonster (volgens CMA/2/I/A.3) een sterke onderschatting geeft van het eigenlijk aanwezige droge stofgehalte (op basis van het gewicht van de filterkoek). Voor de deelmonsters genomen uit de potten van 2l (gietmonster direct na vulling) betreft het fouten van 23% tot 74% en voor de deelmonsters genomen uit de emmers van 10l (schepmonster direct na vulling emmer) betreft het fouten van 35% tot 55%.

Dit toont aan dat bij de monsternamen van de afvalwaters moet gestreefd worden naar het bemonsteren van het afvalwater voor bezinking kan optreden. Bij voorkeur wordt daarom bemonsterd in de afvalwaterstroom die naar het lozingspunt gaat. Indien dit niet haalbaar is, moet de monsternamen in een (buffer)bekken gebeuren maar moet rekening worden gehouden met de mogelijke bezinking van de asbestdeeltjes of deeltjes waaraan de asbestvezels zich kunnen hechten.

De eigenlijke verassing werd uitgevoerd bij een maximale temperatuur van 430°C. Boven deze temperatuur kan chrysotiel omzettingen vertonen. Om de lagere verassingstemperatuur te compenseren, werd de verassing gedurende 6u uitgevoerd. Volgens volgend programma:

- Opwarmen tot 250°C: 5°C/min
- 60 minuten bij 250°C
- Opwarmen tot 430°C: 5°C/min
- 360 minuten bij 430°C

De verassing werd uitgevoerd in afgesloten kroezen om verspreiding van asbestvezels te vermijden.



A.4 Suspenderen asrest

De bekomen asrest werd na afkoelen gesuspenderd in maximaal 100 ml water van drinkwaterkwaliteit. Het correct gebruikte volume water moet gekend zijn om de omrekeningen mogelijk te maken van de vezelconcentratie. Daarom werden de volgende stappen genomen bij het suspenderen:

- Weging gewicht water voor
- Weging leeg recipiënt voor
- Uitspoelen kroezen
- Weging gewicht water na: bepaling volume water
- Weging gewicht suspensie: bepaling gewicht asrest en DS suspensie

De bekomen suspensies worden gebruikt om de bepaling te doen van het gehalte aan asbestvezels. Hiervoor moeten de volgende volumes per monster worden aangeleverd:

- Totaalvolume monster voor filtratie
- Volume water gebruikt bij het suspenderen van de asrest

Onderstaande tabel geeft een overzicht van de gebruikte volumes en de bekomen droge stof gehalten van de gesuspenderde asresten:

Staal	Volume gebruikt water bij suspenderen		suspensie filterkoek gewicht DS	
	(ml)	(l)	(g)	(mg/l)
1A	37,87	0,038	252,6	24,03
2A	57,71	0,058	277,81	117,48
3A	72,07	0,072	311,61	366,59
1B	45,47	0,045	259,16	10,34
1C	78,78	0,079	303,75	147,50
2B	86,37	0,086	330,77	359,62
2C	39,73	0,040	253,75	20,14
3B	86,14	0,086	326,15	307,41
3C	77,06	0,077	313,74	302,88

Onderstaande foto's geven een beeld van het resultaat na suspensie van de asrest:

