

Ontsluitingsmethode voor de bepaling van elementen in bodem, vaste en pasteuze materialen

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/II/A.3 van mei 2021.

Deze methode beschrijft de ontsluitingsprocedure van bodem, vaste en pasteuze materialen.

De methode is opgesplitst in 2 delen in functie van het toepassingskader:

- **CMA/2/II/A.3/Deel 1:** ontsluiting door het gebruik van een zuurmengsel bestaande uit zoutzuur (HCl) en salpeterzuur (HNO₃) (*aqua regia*). Deze methode is van toepassing voor de ontsluiting van de matrices bodem, bodemmateriële en waterbodem in het kader van het Bodemdecreet/ VLAREBO.
- **CMA/2/II/A.3/Deel 2:** ontsluiting door het gebruik van een zuurmengsel bestaande uit zoutzuur (HCl), salpeterzuur (HNO₃) en tetrafluorbor (HBF₄) als de ontsluitingsoplossing. Deze methode is van toepassing voor de ontsluiting van de matrices vaste en pasteuze afvalstoffen in het kader van het Materialendecreet/ VLAREMA.

~~De ontsluiting met deze zuren wordt in feite beschouwd als een totale ontsluiting van het monster. Elementen die met deze procedure kunnen worden geëxtraheerd, kunnen in veel gevallen worden omschreven als "totaal", hoewel dit afhankelijk is van het monster.~~

Als gelijkwaardige analysetechniek voor de directe bepaling van Hg in bodemmonsters kan volgende methode worden toegepast:

EPA 7473:1998 Mercury in solids and solutions by thermal decomposition, amalgamation, and atomic absorption spectrophotometry

2 CMA/2/II/A.3/DEEL 1: AQUA REGIA ONTSLUITING

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 54321:2021 is van toepassing mits volgende aanvullingen/aanpassingen.

2.1 PRINCIPE

Een testportie wordt ontsloten volgens één van de volgende procedures:

Methode A: Ontsluiting met destructieblok

- Ontsluiting met *aqua regia* met behulp van een destructieblok bij (105 ± 5) °C gedurende 2 uur, gevolgd door filtratie/centrifugatie.

Methode B: Microgolfontsluiting

- Ontsluiting met *aqua regia* met behulp van een microgolfoven met temperatuur gecontroleerd proces tot een eindtemperatuur van (175 ± 5) °C in een gesloten bom, gevolgd door filtratie/centrifugatie.

2.2 AANVULLINGEN NBN EN ISO 54321:2021

§8.1 De monsterconservering is beschreven in CMA/1/B en de monstervoorbehandeling in CMA/5/B.3 en CMA/5/B.4.

§8.3.2 + §8.4 Ontsluiting: De hoeveelheid toe te voegen zuren bij een intake van 0.5 g monster is 6 ml HCl en 2 ml HNO₃. Bij een lagere intake tussen 0.2 en 0.5 g monster moet de ratio monster intake/toe te voegen zuren behouden blijven.

2.3 KWALITEITSCONTROLE

Bij iedere reeks monsterontsluitingen dient er een procedureblanco en een onafhankelijk controlemonster te worden meegenomen. De procedureblanco bevat enkel de reagentia en doorloopt dezelfde procedure als de monsters.

Bij elk monster wordt bij voorkeur een interne standaard (zoals In, Rh, Y, etc) toegevoegd om het ontsluitingsrendement te controleren.

Afhankelijk van het type ontsluitingssysteem dient minstens 1x per jaar een vermogen- en/of temperatuurskalibratie te worden uitgevoerd. De controle/kalibratie-eis dient te voldoen aan de specificaties van de fabrikant.

3 CMA/2/II/A.3/DEEL 2: ONTSLUITING MET HCl, HNO₃ EN HBF₄

De procedure zoals beschreven in NBN EN 13656:2020 is van toepassing mits volgende aanvullingen/aanpassingen.

3.1 PRINCIPE

Een testportie wordt ontsloten volgens één van de volgende procedures:

Methode A: Ontsluiting met destructieblok

- Ontsluiting met HCl, HNO₃ en HBF₄ met behulp van een destructieblok bij (105 ± 5) °C gedurende 2 uur, gevolgd door filtratie/centrifugatie.

Methode B: Microgolfontsluiting

- Ontsluiting met HCl, HNO₃ en HBF₄ met behulp van een microgolfoven met temperatuur gecontroleerd proces tot een eindtemperatuur van (175 ± 5) °C in een gesloten bom, gevolgd door filtratie/centrifugatie.

Opmerking: Om veiligheidsredenen wordt in CMA enkel de ontsluiting met HCl, HNO₃ en HBF₄ weerhouden.

3.2 AANVULLINGEN NBN EN 13656:2020

§8.1 De monsterconservering is beschreven in CMA/1/B en de monstervoorbehandeling in CMA/5/B.2 t.e.m. CMA/5/B.6. ~~De analyse wordt uitgevoerd op gedroogd en gemalen/verfijnd monster.~~

§8.3 + §8.4 Ontsluiting: De hoeveelheid toe te voegen zuren bij een intake van 0.5 g monster is 6 ml HCl, 2 ml HNO₃ en 4 ml HBF₄. Bij een lagere intake tussen 0.2 en 0.5 g monster moet de ratio monster intake/toe te voegen zuren behouden blijven.

3.3 KWALITEITSCONTROLE

Bij iedere reeks monsterontsluitingen dient er een procedureblanco en een onafhankelijk controlemonster te worden meegenomen. De procedureblanco bevat enkel de reagentia en doorloopt dezelfde procedure als de monsters.

Bij elk monster wordt bij voorkeur een interne standaard (zoals In, Rh, Y, etc) toegevoegd om het ontsluitingsrendement te controleren.

Afhankelijk van het type ontsluitingssysteem dient minstens 1x per jaar een vermogen- en/of temperatuurkalibratie te worden uitgevoerd. De controle/kalibratie-eis dient te voldoen aan de specificaties van de fabrikant.

4 REFERENTIES

NBN EN ISO 54321:2021 Soil, treated biowaste, sludge and waste - Digestion with *aqua regia* soluble fractions of elements (ISO 54321:2020)

NBN EN 13656:2020 Soil, treated biowaste, sludge and waste - Digestion with a hydrochloric (HCl), nitric (HNO₃) and tetrafluoroboric (HBF₄) or hydrofluoric (HF) acid mixture for subsequent determination of elements

Evaluation of different microwave digestion procedures for soil and waste samples, C. Vanhoof, F. Beutels, W. Brusten, K. Duysens, W. Wouters and K. Tirez, VITO report 2015/SCT/R/0026, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2014_Report_digestion_methods_for_soil_and_waste_samples.pdf, January 2015.

Evaluation of different digestion procedures for soil and waste samples, C. Vanhoof, F. Beutels, W. Brusten, K. Duysens and K. Tirez, VITO report 2016/SCT/R/502, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2015_report_digestion_methods_for_soil_and_waste_samples-part-2-final2.pdf, januari 2016.