

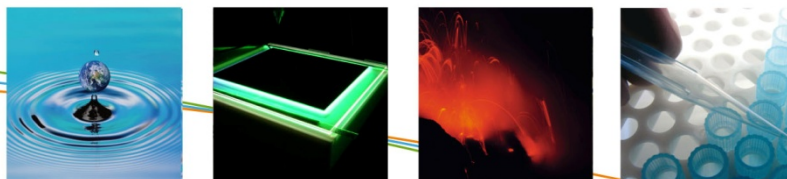
Eindrapport

Harmonisatie anorganische analysemethoden voor de analyse van compost, mest en diverse digestaatstromen

C. Vanhoof en K. Tirez

Studie uitgevoerd in opdracht van OVAM en VLM:
2012/MANT/R/86

December 2012



VITO NV

Boeretang 200 - 2400 MOL - BELGIE
Tel. + 32 14 33 55 11 - Fax + 32 14 33 55 99
vito@vito.be - www.vito.be

BTW BE-0244.195.916 RPR (Turnhout)
Bank 375-1117354-90 ING
BE34 3751 1173 5490 - BBRUBEBB

Alle rechten, waaronder het auteursrecht, op de informatie vermeld in dit document berusten bij de Vlaamse Instelling voor Technologisch Onderzoek NV ("VITO"), Boeretang 200, BE-2400 Mol, RPR Turnhout BTW BE 0244.195.916. De informatie zoals verstrekt in dit document is vertrouwelijke informatie van VITO. Zonder de voorafgaande schriftelijke toestemming van VITO mag dit document niet worden gereproduceerd of verspreid worden noch geheel of gedeeltelijk gebruikt worden voor het instellen van claims, voor het voeren van gerechtelijke procedures, voor reclame of antireclame en ten behoeve van werving in meer algemene zin aangewend worden

SAMENVATTING

Voor de bepaling van verschillende parameters in compost en in diverse eindproducten van de biologische behandeling van organisch-biologische afvalstoffen zijn methoden beschreven in het CMA (Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemsaneringsdecreet, OVAM) en het BAM (Bemonsterings- en analysemethoden voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het Mestdecreet, VLM). Om harmonisatie tussen het BAM en het CMA uit te voeren en maximaal in te spelen op bestaande Europese normmethoden werden in het werkjaar 2011 en 2012 diverse analysemethoden geëvalueerd en in de praktijk getoetst om tot uniforme en éénduidige methoden te komen voor de diverse matrices.

De bekomen resultaten werden in eerste instantie besproken tijdens een overlegvergadering met VLACO, OVAM, VLM en VITO, waar de uiteindelijke methodieken in consensus werden vastgelegd. Vervolgens werden de onderzoeksresultaten en de aangepaste compendiummethoden toegelicht en besproken met de erkende laboratoria (zowel voor OVAM als voor VLM) tijdens de werkgroepvergadering Bodemverbeterende middelen van 2/10/2012. De onderzoeksresultaten van het werkjaar 2011 zijn beschreven in het VITO rapport 2012/MANT/R/05³. De onderzoeksresultaten van het werkjaar 2012 en een beschrijving van de aanpassingen aan de CMA en BAM methoden zijn gebundeld in dit rapport.

Wat betreft CMA, dient voor alle CMA methoden (matrix: Meststof-Bodemverbeterende middelen) het toepassingsgebied aangepast te worden met een duidelijke omschrijving van de matrixtypes (vast/pasteus/vloeibaar met DS kleiner of groter dan 2%/compost). Verder zijn de belangrijkste wijzigingen opgenomen in het CMA:

- Vloeibare monsters met een droge stofgehalte < 2% dienen geanalyseerd te worden als matrix afvalwater. Voor de bepaling van de relevante parameters wordt verwezen naar het WAC (Compendium voor monsterneming, meting en analyse van water).
- Bepaling van pH (CMA/2/IV/13): de extractie van het monster is gewijzigd en aangepast aan de Europese normmethode (EN 15933:2012¹ en EN 13037:2011²): extractie van minimaal 20 ml monster met water in 1:5 verhouding (volumefracties), 1 uur mechanisch schudden, 1 à 3 stabilisatie, pH meting van de bovenstaande vloeistof.
- Bepaling van ammonium en totaal N:
 - o matrixtype compost: geen wijzigingen aan uitvoering van de methodiek t.o.v. huidige CMA:
 - ammonium wordt bepaald op het verse monster na extractie in water (CMA/2/IV/6 en CMA/2/IV/7)
 - totaal N wordt bepaald op het monster gedroogd bij 70°C en verijnd tot < 1 mm (CMA/5/B.1 en CMA/2/IV/4).
 - o matrixtype vast/pasteus-steekvast:
 - monsters dienen voorafgaandelijk aan de analyse gedroogd te worden met wijnsteenzuur en verijnd tot < 1 mm (cfr BAM/deel 4/02).
 - ammonium wordt bepaald in een 1M KCl extract (cfr BAM/deel 4/05)
 - totaal N wordt bepaald met de Dumas methode of de gewijzigde Kjeldahl-N methode
 - o matrixtype vloeibaar DS > 2%/waterig pasteus
 - ammonium: verdunnen 1:100 met water, filtratie en meting van ammonium (cfr BAM/deel 3/05)
 - totaal N: analyse van vers monster met toepassing van gewijzigde Kj-N methode

Wat betreft BAM, zijn de relevante parameters beperkt tot ammonium, totaal N en totaal fosfor. Voor de analyse van ruwe vaste en vloeibare dierlijke mest blijven de methoden beschreven in het BAM van toepassing. Voor andere mestproducten dan verse mest zal in de verschillende BAM methoden, inclusief deze van monstervoorbehandeling, worden verwezen naar de overeenkomstige methoden beschreven in CMA.

INHOUD

Samenvatting	I
Inhoud	III
Lijst van tabellen	V
Lijst van figuren	VI
HOOFDSTUK 1. Inleiding	1
HOOFDSTUK 2. Beschrijving analysemonsters	2
2.1. Beschrijving digestaten	2
2.1.1. Monstervoorbehandeling	2
2.1.2. Analyseresultaten algemene parameters	3
2.2. Beschrijving compostmonsters	3
2.2.1. Monstervoorbehandeling	3
2.2.2. Analyseresultaten algemene parameters	3
HOOFDSTUK 3. Bepaling van pH	5
3.1. Beschrijving onderzoek	5
3.2. Analyseresultaten pH in compost	5
3.3. Analyseresultaten ammonium	7
HOOFDSTUK 4. Bepaling van ammonium	8
4.1. Beschrijving onderzoek	8
4.2. Analyseresultaten ammonium van digestaten	8
4.3. Analyseresultaten ammonium van compostmonsters	10
4.4. Evaluatie bepaling van ammonium in compost, dierlijke mest en digestaten	12
HOOFDSTUK 5. Bepaling van totaal N	17
5.1. Beschrijving onderzoek	17
5.1.1. Evaluatie Dumas methode	17
5.1.2. Evaluatie Kjeldahl-N methode, gewijzigde Kjeldahl-N methode en de oxidatieve digestie met peroxidisulfaat	17
5.2. Beschrijving analysemethoden	18
5.3. Vergelijkende analyseresultaten van totaal N in compost (gewijzigde Kjeldahl-N methode versus Dumas)	18
5.4. Analyseresultaten controlemonsters voor Kjeldahl-N, totaal N bepaling en oxidatieve digestie met peroxidisulfaat	20
5.5. Totaal N bepaling van effluënten van de mestverwerking	22
5.6. Besluit bepaling Totaal N in de diverse matrixtypes	23

HOOFDSTUK 6.	Bepaling van elementen	26
6.1.	<i>Beschrijving onderzoek</i>	26
6.2.	<i>Analyseresultaten van elementbepalingen in compost</i>	28
6.3.	<i>Besluit</i>	30
HOOFDSTUK 7.	Evaluatie methoden per parameter en consequentie naar CMA en BAM	31
HOOFDSTUK 8.	Besluit	47
Literatuurlijst		49

LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1 Analyseresultaten van de algemene parameters digestaten	3
Tabel 2 Analyseresultaten van de algemene parameters compost	4
Tabel 3 pH resultaten van compostmonsters	6
Tabel 4 Extractiecondities voor bepaling ammonium volgens CEN/TS 16177 van digestaten	9
Tabel 5 Gehalte ammonium in mg NH ₄ -N/l vers materiaal van de digestaten	9
Tabel 6 Resultaten ammonium van compostmonsters	11
Tabel 7 Evaluatie analysemethoden voor bepaling van ammonium in compost, vaste en vloeibare dierlijke mest en digestaatstromen	16
Tabel 8 Duplo analyseresultaten totaal N volgens gewijzigde Kjeldahl-N methode	19
Tabel 9 Duplo analyseresultaten totaal N volgens Dumas methode	19
Tabel 10 N resultaten van controlestandaarden met totaal N procedure	20
Tabel 11 N resultaten van controlestandaard hoog met Kjeldahl-N procedure	21
Tabel 12 N resultaten van controlestandaarden met totaal N procedure (deel 2)	21
Tabel 13 N resultaten van controlestandaarden met Kjeldahl-N procedure (deel 2)	21
Tabel 14 Totaal N resultaten van controlestandaarden met oxidatieve digestie	22
Tabel 15 Totaal N resultaten van de effluenten van mestverwerking	22
Tabel 16 Totaal N resultaten van de effluenten van mestverwerking (deel 2)	23
Tabel 17 Resultaten elementanalyses van compostmonsters	28
Tabel 18 Huidige beschikbare methoden per parameter in functie van het matrixtype	31
Tabel 19 Voorstel van analysemethode per erkenningsparameter en in functie van het matrixtype	33
Tabel 20 Voorstel aanpassingen CMA-Bodemverbeterende middelen	36
Tabel 21 Voorstel aanpassingen BAM- vaste en vloeibare dierlijke mest	43

LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1 pH analyseresultaten van compostmonsters	6
Figuur 2 Resultaten ammonium voor digestaten	10
Figuur 3 Ammonium resultaten (hoog gehalte) van compostmonsters	12
Figuur 4 Ammonium resultaten (laag gehalte) van compostmonsters	12
Figuur 5 Resultaten van totaal N van compostmonsters	19
Figuur 6 Schematische weergave totaal N bepaling van bodemverbeterende middelen (vast/pasteus/vloeibaar)	24
Figuur 7 A en B: Destructieblok met controller; B: destructiebuizen met condensor; C: filtratie eenheid; D: destructiebuizen	27
Figuur 8 Vergelijkende resultaten elementanalyses van compostmonsters	30

HOOFDSTUK 1. INLEIDING

Compost of digestaat van organisch biologische afvalstoffen komt voor in de lijst van materialen die in aanmerking komen voor gebruik als grondstof (Vlarema, bijlage 2.2). VLACO volgt de kwaliteit van de compost/digestaat en het hele productieproces op en op basis van controle analyses wordt een keuringsattest door VLACO geleverd om de compost/digestaat als grondstof te gebruiken. Bijgevolg is het belangrijk dat de analyses op de eindproducten op een correcte wijze worden uitgevoerd zowel wat betreft monstervoorbehandeling, destructie als analyse. Momenteel wordt voor de analyse van de anorganische parameters van digestaten verwezen naar de CMA methoden voor compost. Echter gezien de grote diversiteit in eindstromen voor de digestaten, is het noodzakelijk om zowel de te analyseren parameters als de analysemethoden (monstervoorbehandeling, destructie en analyse) in functie van de matrix te evalueren en vast te leggen.

In het kader van het Mestdecreet (VLM) zijn de monstervoorbehandelings- en analysemethoden van vaste dierlijke mest en vloeibare dierlijke mest beschreven in het BAM compendium. Er is echter een lacune in de methoden voor de analyse van andere mestproducten (compost/digestaat waarin dierlijke mest verwerkt is). Het is wenselijk om deze analysemethodieken te stroomlijnen met de CMA methoden (OVAM) voor de analyse van digestaten. De analyses in het kader van het Mestdecreet zijn echter beperkter zowel wat betreft matrixtype als wat betreft de te analyseren parameters in vergelijking met de Vlarema analyses (OVAM). VLM behandelt enkel de producten (compost/digestaat) waarin dierlijke mest verwerkt zit en is gericht op de parameters ammonium-N, totaal N en totaal P. Niettegenstaande is het aangewezen om voor dezelfde monstertypes éénzelfde methodiek te kunnen toepassen voor beide toetsingskaders.

In een eerste fase (2011) werden op een 10-tal digestaat monsters (eindproducten) de CMA methoden voor compost, de BAM methoden voor dierlijke mest alsook een aantal aangepaste methoden toegepast³. Tijdens dit onderzoek kwam naar voor dat een verdere harmonisatie tussen de methoden voor vloeibare en vaste dierlijke mest (beschreven in BAM, VLM⁴) en bodemverbeterende middelen (beschreven in CMA, OVAM⁵) wenselijk is. Deze harmonisatie is tevens ingegeven door het in werking treden van VLAREL⁶ sinds januari 2011 en werd voor wat betreft analysemethoden voor grondwater die beschreven zijn in zowel het CMA als het WAC⁷ (LNE), in de werkgroepen reeds besproken en geïmplementeerd.

Om een verdere harmonisatie tussen het BAM en het CMA uit te voeren en maximaal in te spelen op bestaande Europese normmethoden werd volgend onderzoek uitgevoerd voor compost en digestaten (al dan niet met mest):

- Evaluatie pH metingen van compost cfr CMA en cfr EN 15933¹ (extractie in H₂O en meting na 6 uur versus 1 uur)
- Evaluatie invloed van voorbehandeling (vers – met wijnsteenzuur gedroogd) en extractiemethode (H₂O – KCl) op de bepaling van ammonium voor digestaten en compost
- Evaluatie van het gebruik van totaal N bepaling volgens verbrandingsmethode op compost (werd reeds voor digestaten gunstig geëvalueerd)
- Evaluatie van het gebruik van destructieblok voor de ontsluiting van compost voor de bepaling van metalen en P (werd reeds gunstig geëvalueerd voor digestaten en mest)

HOOFDSTUK 2. BESCHRIJVING ANALYSEMONSTERS

2.1. BESCHRIJVING DIGESTATEN

De 6 digestaatmonsters werden geselecteerd en bemonsterd door VLACO. Een beschrijving van het type monster wordt hieronder weergegeven:

STAAL 1 (DIG 1)

Dikke fractie digestaat van een thermofiele vergistingsinstallatie van mest, energiegewassen en OBA (organisch biologische afvalstoffen). De dikke fractie wordt bekomen na scheiding van het ruwe digestaat.

STAAL 2 (DIG 2)

Dikke fractie digestaat van een mesofiele vergistingsinstallatie van energiegewassen en plantaardige OBA. Deze vergistingslijn verwerkt geen mest en geen dierlijke bijproducten. De dikke fractie wordt bekomen na scheiding van het ruwe digestaat.

STAAL 3 (DIG 3)

Dikke fractie digestaat van een mesofiele vergistingsinstallatie van mest, energiegewassen en OBA. Het staal is afkomstig van hetzelfde bedrijf als STAAL 2, maar komt uit de vergistingslijn met mest en dierlijke bijproducten. De dikke fractie wordt bekomen na scheiding van het ruwe digestaat.

STAAL 4 (DIG 4)

Dit betreft de thermisch gedroogde dikke fractie digestaat van STAAL 1. Na scheiding wordt de dikke fractie ingedroogd tot een gedroogde meststof.

STAAL 5 (DIG 5)

Dikke fractie digestaat van een mesofiele vergistingsinstallatie van energiegewassen en plantaardige en dierlijke OBA. Er wordt hier geen mest verwerkt, maar wel dierlijke bijproducten. Het digestaat wordt eerst integraal gepasteuriseerd en daarna gescheiden in dikke fractie en dunne fractie. Deze dikke fractie wordt afgevoerd naar een verwerkingsinstallatie voor biothermisch drogen.

STAAL 6 (DIG 6)

Biothermisch gedroogd mengsel van mest (dikke fractie varkensmest, pluimveemest) en OBA. Het eindproduct (OBA-mest) wordt bekomen door de inputstromen gedurende ongeveer 1 week in tunnels te beluchten. Hieruit wordt water verdampt en het materiaal warmt op door het composteringsproces. Hierdoor wordt een hygiënisatie bereikt. Het proces wordt uitgevoerd tot minimaal de vereiste 1 uur 70°C wordt bereikt. Daarna koelt het materiaal terug af en wordt afgevoerd als bodemverbeterend middel in de landbouw (export).

2.1.1. MONSTERVERORBEHANDELING

Alle monsters werden gehomogeniseerd door manuele omzetting.

2.1.2. ANALYSERESULTATEN ALGEMENE PARAMETERS

De resultaten van volgende parameters zijn samengevat in Tabel 1:

- Vochtgehalte en droge stof (in %), bepaald volgens CMA/2/IV/1 bij 105°C
- Volumedichtheid: gravimetrisch volgens CMA/2/IV/24
- Droogfactor: na toevoegen van wijnsteenzuur en drogen bij 70°C, uitgevoerd volgens BAM/deel 4/02 *Vaste mest – monstervoorbehandeling*.

Tabel 1 Analyseresultaten van de algemene parameters digestaten

Monster	Vocht %	DS %	Vol.dichtheid kg/l	Droogfactor (D) (wijnsteenzuur)
DIG 1	71,9	28,1	0,72/0.74	0,376
DIG 2	68,6	31,4	0,19/0.20	0,401
DIG 3	64,1	35,9	0,31/0.31	0,459
DIG 4	20,9	79,1	0,33/0.35	0,898
DIG 5	67,8	32,2	0,22/0.22	0,408
DIG 6	53,7	46,3	0,48/0.50	0,563

2.2. BESCHRIJVING COMPOSTMONSTERS

Compost 1 (Vitonr 20122412):

groencompost, afgezeefd op 0-20 mm (input = groenafval) – batch opgezet in oktober 2011

Compost2 (Vitonr 20122413):

gft-compost van een droge vergisting met nacompostering, staal is genomen na de nacompostering, afgezeefd op 0-12 mm

Compost3 (Vitonr 20122414):

groencompost, afgezeefd op 0-20 mm (input = groenafval) – batch opgezet in december 2011

Compost4 (Vitonr 20122415):

gft-compost, afgezeefd op 0-20 mm – batch van eind februari 2012

Compost5 (Vitonr 20122416):

groencompost, afgezeefd op 0-10 mm – batch van augustus 2011

Compost6 (Vitonr 20122417):

gft-compost, afgezeefd op 0-20 mm

Compost7 (Vitonr 20122418):

groencompost, afgezeefd op 0-15 mm – batch van februari 2012

2.2.1. MONSTERVORBEHANDELING

Alle monsters werden gehomogeniseerd door manuele omzetting.

2.2.2. ANALYSERESULTATEN ALGEMENE PARAMETERS

De resultaten van volgende parameters zijn samengevat in Tabel 2:

- Vochtgehalte en droge stof (in %), bepaald volgens CMA/2/IV/1 bij 105°C
- Volumedichtheid volgens CMA/2/IV/24

Tabel 2 Analyseresultaten van de algemene parameters compost

Monster	Vocht* %	Vol.dichtheid kg/l
20122412/1	43,7	0,43
20122413/1	46,3	0,53
20122414/1	45,1	0,43
20122415/1	34,5	0,46
20122416/1	38,9	0,60
20122417/1	33,5	0,45
20122418/1	46,0	0,51

*a-factor

HOOFDSTUK 3. BEPALING VAN PH

3.1. BESCHRIJVING ONDERZOEK

Bij de bepaling van pH van compost wordt volgens de huidige CMA methode CMA/2/IV/13 een extractie in H₂O (ratio 1:5) uitgevoerd, de uitloging wordt af en toe geschud en de pH wordt in de bovenstaande oplossing gemeten na 6 uur. In de studie van 2011 werd voor de digestaten eveneens de methode beschreven in de horizontale norm EN 15933:2012 *Sludge, treated biowaste and soil – Determination of pH*, i.e. extractie met water in 1:5 verhouding (volumefracties), 1 uur mechanisch schudden, 1 à 3 u stabilisatie, pH meting van de bovenstaande vloeistof, geëvalueerd. Op de beperkte data set werden kleine gemiddelde verschillen vastgesteld van 0.1 pH eenheden. Beide methoden zijn qua uitvoering toepasbaar.

Opm.: EN 13037:2011 *Soil improvers and growing media – Determination of pH* is vervat in EN 15933:2012 *Sludge, treated biowaste and soil – Determination of pH*. Deze laatste normmethode is echter uitgebreider nl. mogelijkheid om extractie met 0.01M CaCl₂ uit te voeren is ook opgenomen, bij slib en bodem dient min. 5 ml vers monster genomen te worden, bij behandeld bioafval min. 60 ml vers monster, pH meting van vloeibaar slib mag rechtstreeks in de suspensie uitgevoerd worden.

In deze studie werden voor de matrix compost de resultaten bekomen met de CMA methode getoetst aan de methode beschreven in EN 15933:2012 (extractie met H₂O in 1:5 verhouding vertrekkende vanuit een gewichtsequivalent van 20 ml vers monster). Bijkomend werden de resultaten bekomen na mechanisch schudden vergeleken met het manueel schudden.

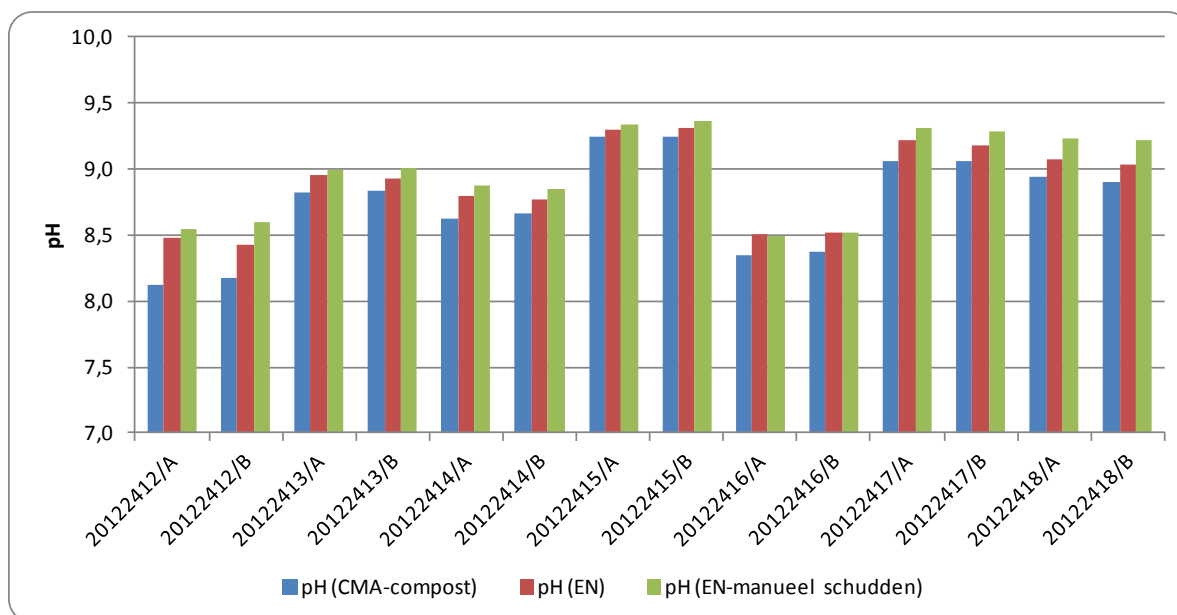
3.2. ANALYSERESULTATEN PH IN COMPOST

Alle extracties en metingen zijn uitgevoerd in duplo. De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 3 en Figuur 1.

Voor de toegepaste methoden zijn alle duplo analyseresultaten in goede overeenstemming. Bij berekening van de procentuele variatiecoëfficiënt (CV_R) uit de duplo resultaten per methode worden voor alle methoden CV_R waarden van minder dan 0.25% % bekomen. De resultaten tonen aan dat mechanisch schudden versus manueel schudden slechts een beperkte invloed hebben op de uiteindelijke pH waarde. Bij vergelijking van de 2 methoden wordt een gemiddeld verschil van -0.08 pH eenheden bekomen waarbij met mechanisch schudden gemiddeld lagere waarden worden bekomen. Bij vergelijking van de extractiemethoden gedurende 6 uur en 1 uur (na stabilisatie gedurende 1 à 3 uur) wordt een gemiddeld verschil van -0.15 pH eenheden (CMA vs EN, mechanisch schudden) en -0.23 pH eenheden (CMA vs EN, manueel schudden) bekomen waarbij de CMA methode resulteert in gemiddeld lagere waarden.

Tabel 3 pH resultaten van compostmonsters

monster	1:5 H ₂ O, 6u, Af en toe schudden (CMA)	1:5 H ₂ O, 1u, Mech. schudtafel (EN)	1:5 H ₂ O, 1u, Manueel schudden (EN, manueel)
20122412/A	8,13	8,48	8,55
20122412/B	8,18	8,43	8,59
20122413/A	8,82	8,96	8,99
20122413/B	8,83	8,93	9,00
20122414/A	8,62	8,80	8,88
20122414/B	8,67	8,77	8,85
20122415/A	9,24	9,30	9,34
20122415/B	9,24	9,31	9,36
20122416/A	8,35	8,51	8,49
20122416/B	8,37	8,52	8,52
20122417/A	9,06	9,21	9,31
20122417/B	9,06	9,18	9,29
20122418/A	8,94	9,07	9,23
20122418/B	8,91	9,03	9,22



Figuur 1 pH analyseresultaten van compostmonsters

Op basis van de bekomen resultaten en in het kader van harmonisering/uniformisering van methoden is het wenselijk om over te stappen naar de Europese normmethode (EN 15933:2012 *Sludge, treated biowaste and soil* / EN 13039:2011 *Soil improvers and growing media*). Deze overgang kan gebeuren met minimale inspanningen en consequenties, zowel voor de laboratoria als voor OVAM/VLACO.

Bij de uitgevoerde testen werd de extractie steeds uitgevoerd op een gewichtsequivalent van 20 ml vers monster (cfr huidige CMA procedure), terwijl in de Europese normmethode min. 60 ml vers

materiaal wordt genomen. In de geactualiseerde CMA methode dient duidelijk beschreven te worden welke monster intake dient genomen te worden.

Besluit:

- Huidige CMA methode CMA/2/IV/13 aanpassen aan Europese normmethode voor alle matrixtypes.
- Voor de matrixtypes 'vast, pasteus en vloeibaar > 2% DS': methode cfr EN 15933:2012 (en EN 13037:2011): extractie met water in 1:5 verhouding (volumefracties), 1 uur mechanisch schudden, 1 à 3 u stabilisatie, pH meting van de bovenstaande vloeistof. Monsterintake: 20 ml.
- Voor het matrixtype 'vloeibaar met DS < 2%': analyse als afvalwater i.e. rechtstreekse pH meting cfr WAC/III/A/005.

HOOFDSTUK 4. BEPALING VAN AMMONIUM

4.1. BESCHRIJVING ONDERZOEK

Uit de analyseresultaten van de studie uitgevoerd in 2011 kwam naar voren dat de huidige CMA methode voor de bepaling van ammonium en nitraat (extractie V:V verhouding) qua uitvoering toepasbaar is voor digestaten. Echter de grote variabiliteit in vochtgehalte van de digestaten wordt met de huidige methodiek en berekeningswijze niet ondervangen. De extractieverhouding L/S_{droog} verhouding kan bijgevolg sterk variëren. Bovendien is uniformisatie met de BAM methode momenteel niet haalbaar. Voornamelijk voor de vaste en pasteuze monsters worden significante verschillen vastgesteld tussen de CMA methode en de BAM methode.

Als aangepaste methodiek werd voorgesteld om de methode cfr de Horizontal draft norm CEN/TS 16177:2012 *Sludge, treated biowaste and soil - Extraction for the determination of extractable ammonia, nitrate and nitrite*⁸ i.e. analyse van vers monster, maar extractie op basis van $m_{\text{droog}}:V$ verhouding ipv V:V verhouding. Dit heeft wel consequenties naar uitvoering en conformiteit met CMA en BAM.

Bijkomende testen zijn uitgevoerd op 6 digestaatmonsters voor de bepaling van ammonium (en nitraat) waarbij volgende methodieken werden geëvalueerd:

- CMA methode: 50 ml vers monster (gewichtsequivalent) + 250 ml H_2O (ratio L/S_{nat} 5:1), 1 u schudden op schudbank, filtratie
- CEN/TS 16177 methode: x g vers monster (overeenkomstig met 15 g droog monster) + 1M KCl waarbij ratio L/S_{droog} 10:1.
- BAM methode: 5 g monster (gedroogd met wijnsteenzuur) + 50 ml KCl 1M (ratio $L:S_{\text{droog}}$ 10:1), 1 u schudden op schudbank, filtratie

Voor de matrix compost werd de H_2O extractie geëvalueerd tov de KCl extractie. Volgende werkwijzen werden toegepast:

- CMA methode: 50 ml vers monster (op basis van gewichtsequivalent) + 250 ml H_2O , 1 uur mechanisch schudden, filtratie
- EN methode: 25 ml vers monster (op basis van gewichtsequivalent) + 250 ml 1M KCl, 1 uur mechanisch schudden, filtratie

Alle extracties en metingen werden in duplo uitgevoerd. Het ammoniumgehalte werd telkens bepaald met het doorstroomanalysestelsel.

De bekomen resultaten zijn hieronder beschreven. In deze studie werden de metingen beperkt tot de parameter ammonium. Het gehalte aan nitraat is over het algemeen zeer laag en de toegepaste extractieprocedure heeft minder invloed op het uiteindelijke resultaat. In praktijk zal uiteindelijk de methodiek die zal worden toegepast voor ammonium eveneens voor nitraat worden toegepast.

4.2. ANALYSERESULTATEN AMMONIUM VAN DIGESTATEN

Alle extracties en metingen zijn uitgevoerd in duplo. De extractiecondities (volgens CEN/TS 16177) zijn beschreven in Tabel 4.

Tabel 4 Extractiecondities voor bepaling ammonium volgens CEN/TS 16177 van digestaten

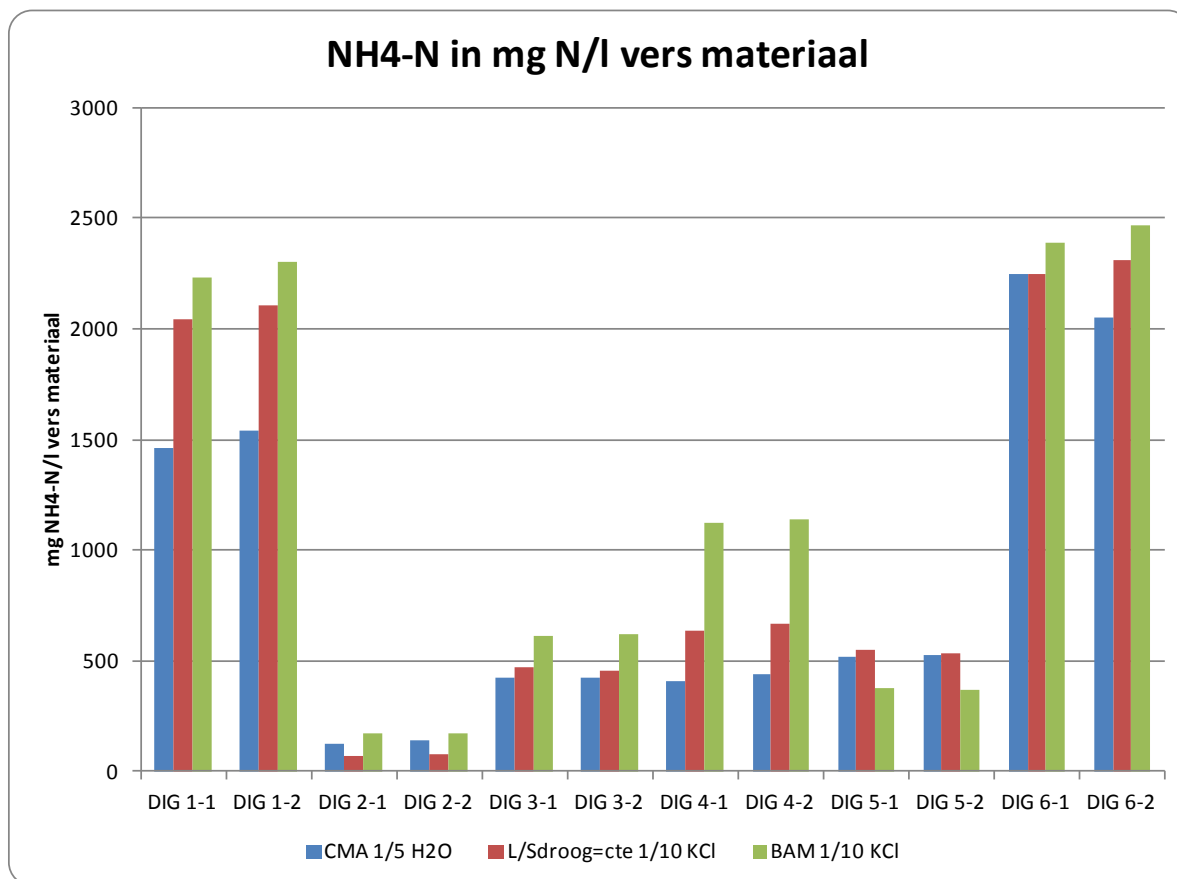
	Intake g vers	Intake g dr	1M KCl ml	Eindvolume ml	L/S _{droog}
DIG 1-1	53,28	14,99	111,46	149,75	9,991
DIG 1-2	53,31	15,00	111,33	149,64	9,979
DIG 2-1	48,10	15,10	117,10	150,10	9,938
DIG 2-2	47,90	15,04	117,59	150,45	10,003
DIG 3-1	41,69	14,96	124,46	151,19	10,106
DIG 3-2	41,86	15,02	123,76	150,60	10,026
DIG 4-1	19,04	15,06	147,94	151,92	10,090
DIG 4-2	18,96	14,99	146,02	149,99	10,003
DIG 5-1	46,57	14,98	118,31	149,90	10,007
DIG 5-2	46,53	14,97	118,28	149,84	10,011
DIG 6-1	32,28	14,96	132,44	149,76	10,011
DIG 6-2	32,37	15,00	132,52	149,89	9,992

Bij toepassing van de CEN/TS 16177 methode werd bij de monsters DIG 2 en DIG 5 tijdens de extractie een vrij vaste materie gevormd. Het monster werd in zijn totaliteit in de centrifuge geplaatst en daarna gefiltreerd. Van de overige monsters werd ongeveer 50 ml van de bovenstaande oplossing gecentrifugeerd en vervolgens gefiltreerd.

De bekomen resultaten voor ammonium zijn weergegeven in Tabel 5 en Figuur 2.

Tabel 5 Gehalte ammonium in mg NH₄-N/l vers materiaal van de digestaten

	CMA 1:5 H ₂ O vers	L/Sdroog=cte 1:10 KCl vers	BAM 1:10 KCl droog
DIG 1-1	1462	2041	2230
DIG 1-2	1536	2107	2298
DIG 2-1	127	72	170
DIG 2-2	137	78	172
DIG 3-1	421	468	608
DIG 3-2	422	454	620
DIG 4-1	411	635	1125
DIG 4-2	438	669	1138
DIG 5-1	520	545	379
DIG 5-2	526	531	370
DIG 6-1	2244	2245	2386
DIG 6-2	2052	2313	2463



Figuur 2 Resultaten ammonium voor digestaten

De resultaten van de duplo analyses zijn in goede overeenstemming. Bij berekening van de procentuele variatiecoëfficiënt (CV_R) uit de duplo resultaten worden volgende waarde bekomen: bij CMA methode 4.1%, bij EN methode 3.2% en bij BAM methode 1.6%. Afhankelijk van de toegepaste extractieprocedure wordt echter wel een andere meetwaarde bekomen. Deze resultaten bevestigen dat voor de bepaling van ammonium een éénduidige methodiek moet vastgelegd worden om vergelijkbare resultaten te bekomen. De mogelijkheid bestaat om in functie van het matrixtype een welbepaalde methodiek te definiëren.

4.3. ANALYSERESULTATEN AMMONIUM VAN COMPOSTMONSTERS

Voor de matrix compost werd de H₂O extractie geëvalueerd tov de KCl extractie. Volgende werkwijzen werden toegepast:

- CMA methode: 50 ml vers monster (op basis van gewichtsequivalent) + 250 ml H₂O, 1 uur mechanisch schudden, filtratie
- EN methode: 25 ml vers monster (op basis van gewichtsequivalent) + 250 ml 1M KCl, 1 uur mechanisch schudden, filtratie

Alle extracties en metingen werden in duplo uitgevoerd. Het ammoniumgehalte werd telkens bepaald met het doorstroomanalyzesysteem.

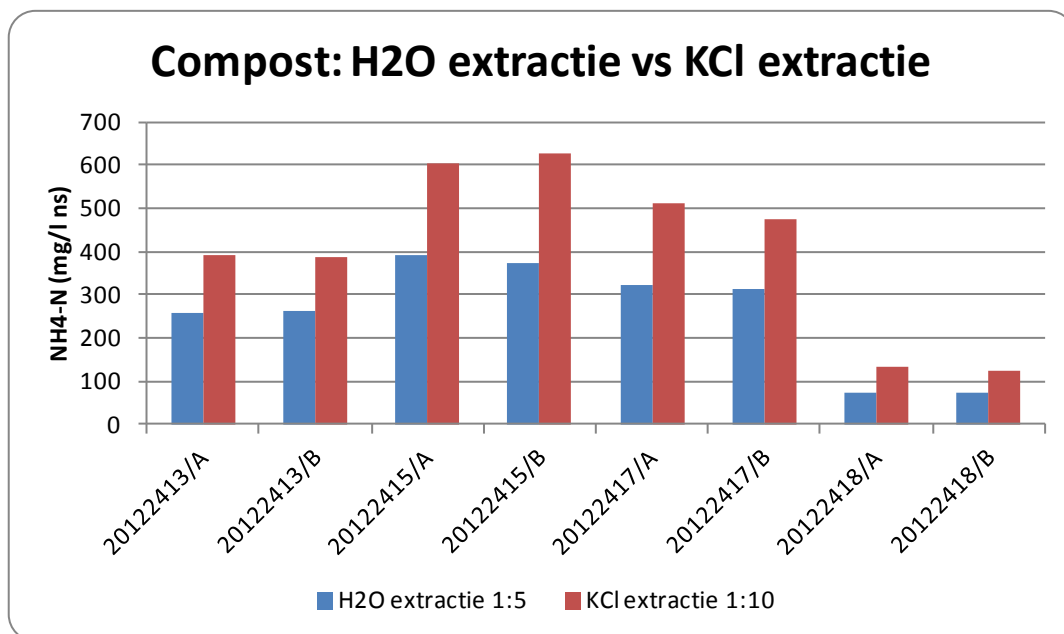
De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 6, Figuur 3 (hoog ammonium gehalte) en Figuur 4 (laag ammonium gehalte). De laagste gehalte aan ammonium werden, zoals verwacht, gemeten bij de groencomposten. Alle duplo resultaten zijn in goede overeenstemming met procentuele variatiecoëfficiënten van de duplo analyses van $\pm 5\%$. Bij de extracties uitgevoerd met 1M KCl

liggen de ammonium resultaten (hoog gehalte) systematisch 30 à 40% hoger in vergelijking met een H₂O extractie. De methode voor de bepaling van ammonium is duidelijk operationeel gedefinieerd en slechts 1 methodiek kan weerhouden worden.

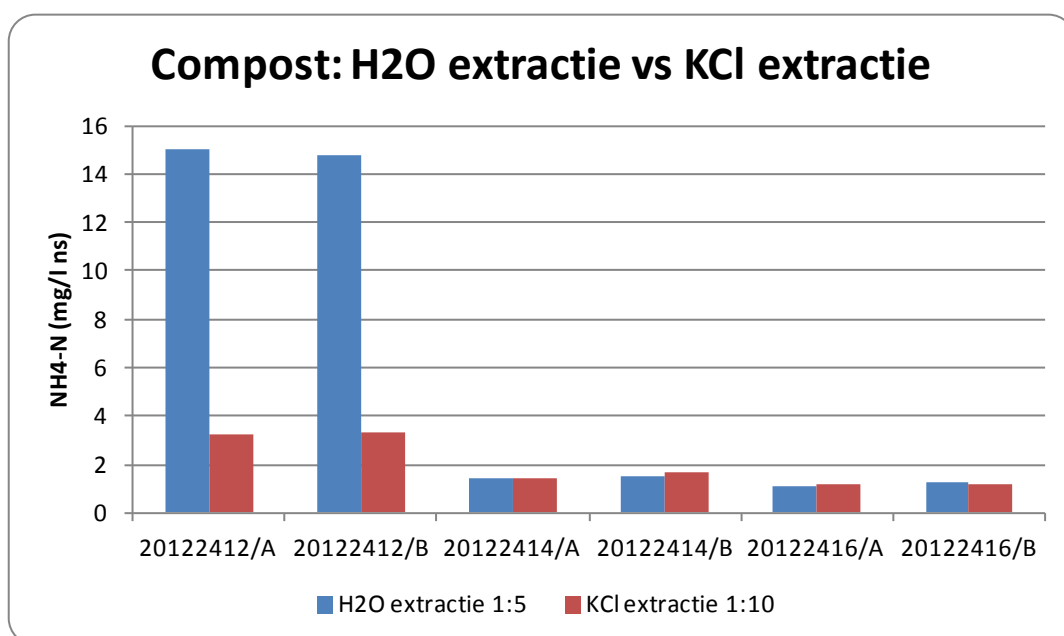
Tijdens de inventarisatiestudie van het Europese Horizontal project werd reeds aangegeven dat voor de bepaling van nitraat een waterige extractie zou volstaan voor een maximale uitloging omdat nitraten niet gebonden zijn aan de matrix en gewoonlijk gemakkelijk oplosbare zouten vormen. Ammonium daarentegen kan in gebonden vorm voorkomen. Om ammonium maximaal uit te wisselen is als extractieoplossing een zoutoplossing (zoals KCl) aan te bevelen. Bijgevolg werd in de Horizontal ontwerp methode gekozen voor een extractie met KCl waarbij tegelijkertijd nitraat kan bepaald worden. De bekomen vergelijkende resultaten bevestigen deze bevindingen.

Tabel 6 Resultaten ammonium van compostmonsters

monster	H ₂ O, 1:5 (CMA) mg NH ₄ -N/l ns	KCl, 1:10 (EN) mg NH ₄ -N/l ns
20122412/A	15,0	3,24
20122412/B	14,8	3,32
20122413/A	259	392
20122413/B	261	386
20122414/A	1,44	1,46
20122414/B	1,54	1,68
20122415/A	390	605
20122415/B	375	627
20122416/A	1,10	1,17
20122416/B	1,31	1,17
20122417/A	323	513
20122417/B	314	474
20122418/A	72	133
20122418/B	74	124



Figuur 3 Ammonium resultaten (hoog gehalte) van compostmonsters



Figuur 4 Ammonium resultaten (laag gehalte) van compostmonsters

4.4. EVALUATIE BEPALING VAN AMMONIUM IN COMPOST, DIERLIJKE MEST EN DIGESTATEN

Voor de bepaling van ammonium in compost, dierlijke mest en digestaten kunnen verschillende analysemethoden (incl. voorbehandeling) worden toegepast. Afhankelijk van de toegepaste methodiek worden verschillen in het uiteindelijke analyseresultaat vastgesteld.

In deze paragraaf wordt voor de diverse matrixtypes beschreven welke methodieken momenteel al dan niet beschikbaar zijn, de nieuwe geëvalueerde methodieken worden beschreven, voor- en

nadelen van een welbepaalde methodiek, alsook de consequenties indien de methodiek wordt gewijzigd. Hierbij worden zowel de methoden beschreven in CMA als in BAM geëvalueerd. De gegevens zijn samengevat in Tabel 7.

Compost: volgens CMA: vers materiaal, extractie met H₂O, 1:5 V:V ratio (50 ml vers monster + 250 ml H₂O)

- Methode is vergelijkbaar met deze beschreven in EN 13652:2001 *Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble nutrients and elements*⁹.
- Extractie van vers materiaal is mogelijk omdat een representatieve portie (50 ml op basis van gewichtsequivalenten) van het compostmonster wordt genomen.
- Wijzigen naar extractie in 1M KCl resulteert in een verhoging van het ammoniumgehalte met 30 à 40% in vergelijking met een H₂O extractie, vergelijkbaarheid met historische data niet meer mogelijk, normwaarde dient mogelijks herzien te worden.

Vaste dierlijke mest (niet-verwerkte): volgens BAM: materiaal drogen met wijnsteenzuur en verfijnen < 1 mm, extractie met 1M KCl, 1:10 m:V ratio (5 g droog monster + 50 ml 1M KCl)

- Drogen van het monster met wijnsteenzuur laat toe om het monster te verfijnen tot < 1 mm, een representatieve portie van 5 g monster voor de extractie volstaat.
- Zelfde voorbehandeld monster kan gebruikt worden voor de bepaling van de parameter totaal N.
- De extra inspanningen die noodzakelijk zijn voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling komen nadien de praktische uitvoering voor de bepaling van ammonium en totaal N ten goede.
- Extractie met 1M KCl laat toe om de maximale uitloogbaarheid van ammonium te bepalen.

Vloeibare dierlijke mest (niet-verwerkte): BAM: verdunnen tot DS < 15%, mixen en analyse

- Eenvoudige methode
- Gehalte aan ammonium is hoog waardoor het monster sterk dient verdund te worden vóór analyse en bijgevolg matrixeffecten sterk gereduceerd worden.

Monsters (vloeibaar met DS ≥ 2%, waterig pasteus met DS < 30%): procedure toepassen cfr BAM – vloeibare dierlijke mest

→ verdunnen tot DS < 15%, mixen en analyse

- Eenvoudige methode
- Vergelijkende testen hebben aangetoond dat extractie of verdunning resulteert in vergelijkbare resultaten³.
- Gehalte aan ammonium is hoog waardoor het monster sterk dient verdund te worden vóór analyse en bijgevolg matrixeffecten sterk gereduceerd worden.
- Nitraat kan op hetzelfde monster bepaald worden. Echter de gehalten zijn veelal zeer laag.

Monsters (pasteus steekvast/vast, DS > 30%): homogenisatie door omzetten

→ verschillende methodieken mogelijk

- volgens CMA: vers materiaal, extractie met H₂O, 1:5 V:V ratio (50 ml vers monster + 250 ml H₂O)
 - o zelfde methodiek als voor compostmonsters (CMA), maar verschillende methodiek als voor vaste dierlijke mest (BAM)
 - o methode is vergelijkbaar met deze beschreven in EN 13652:2001 *Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble nutrients and elements*
 - o De huidige CMA methode (extractie V:V verhouding) is qua uitvoering toepasbaar, maar de grote variabiliteit in vochtgehalte van digestaten wordt met de huidige

- methodiek en berekeningswijze niet ondervangen. De extractieverhouding L/S_{droog} verhouding kan bijgevolg sterk variëren.
- o lagere uitlooggehalten voor ammonium in vergelijking met 1M KCl uitloging
 - volgens BAM: materiaal drogen met wijnsteenzuur en verfijnen < 1 mm, extractie met 1M KCl, 1:10 m:V ratio (5 g droog monster + 50 ml 1M KCl)
 - o zelfde methodiek als voor vaste dierlijke mest (BAM), maar verschillende methodiek als voor compostmonsters (CMA)
 - o extractiemiddel (1M KCl) is vergelijkbaar met extractiemiddel beschreven in Horizontal normmethode CEN/TS 16177:2012 *Sludge, treated biowaste and soil - Extraction for the determination of extractable ammonia, nitrate and nitrite*
 - o extractie van gedroogd materiaal is verschillend met zowel CMA methode als met Europese normmethode CEN/TS 16177 en EN 13652
 - o drogen van het monster met wijnsteenzuur laat toe om het monster te verfijnen tot < 1 mm, een representatieve portie van 5 g monster voor de extractie volstaat.
 - o zelfde voorbehandeld monster kan gebruikt worden voor de bepaling van de parameter totaal N.
 - o de extra inspanningen die noodzakelijk zijn voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling komen nadien de praktische uitvoering voor de bepaling van ammonium en totaal N ten goede.
 - o extractie met 1M KCl laat toe om de maximale uitloogbaarheid van ammonium te bepalen.
 - volgens CEN/TS 16177 *Sludge, treated biowaste and soil - Extraction for the determination of extractable ammonia, nitrate and nitrite*
 - o conformiteit met Europese normmethode indien $m_{\text{droog}}:V$ van minimaal 1:20 wordt gehanteerd (testen werden nu uitgevoerd met 1:10, maar voor 2 monsters werd vastgesteld dat hoeveelheid KCl te laag is om voldoende vloeibare fase te behouden)
 - o extractie met 1M KCl laat toe om de maximale uitloogbaarheid van ammonium te bepalen.
 - o het nemen van een representatieve portie van verse digestaten is niet altijd evident.
 - o groot verbruik van KCl in vergelijking met BAM methode.

Monsters (vloeibaar met DS < 2%): procedure toepassen cfr WAC (Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van Water)

- o rechtstreekse meting, analyse als afvalwater cfr WAC/III/E (ammonium) en WAC/III/C (nitraat)

Besluit: Toe te passen methode wordt bepaald in functie van het matrixtype (zie Tabel 7)

- Compost (groen-GFT- en OBA-compost) - CMA
 - o Extractie met H₂O, 1:5 V:V ratio, cfr huidige CMA/2/IV/6
- Ruwe dierlijke vaste mest - BAM
 - o Drogen met wijnsteenzuur, verfijnen < 1 mm
 - o Extractie van 5 g monster met 1M KCl, cfr huidige BAM/deel 4/05
- Vaste en pasteuze monsters – CMA, in BAM verwijzing naar CMA opnemen
 - o Methode cfr BAM/deel 4/05
- Ruwe vloeibare dierlijke mest - BAM
 - o Verdunnen 1:100 met H₂O, filtratie, cfr huidige BAM/deel 3/05
- Vloeibare (DS ≥ 2%) en waterige pasteuze monsters – CMA, in BAM verwijzing naar CMA opnemen
 - o Methode cfr BAM/deel 3/05
- Vloeibare monsters met DS < 2% - CMA, in BAM verwijzing naar CMA opnemen
 - o Analyse als afvalwater cfr WAC/III/E (ammonium) en WAC/III/C (nitraat)

Tabel 7 Evaluatie analysemethoden voor bepaling van ammonium in compost, vaste en vloeibare dierlijke mest en digestaatstromen

	Compost*	Ruwe vaste dierlijke mest	Ruwe vloeibare dierlijke mest	Monsters vast/pasteus (3 opties)	Monsters vloeibaar DS $\geq$ 2%/waterig pasteus	Monsters vloeibaar met DS < 2%
Compendium	CMA	BAM/deel 4	BAM/deel 3	1. cfr CMA 2. cfr BAM/deel 4 3. cfr CEN/TS 16177	Cfr BAM deel 3	CMA/WAC
Monster-voorbehandeling	Vers	WZ drogen, < 1 mm (idem totaal N)	Indien nodig, verdunnen tot DS < 15% Mixer	1. vers 2. WZ drogen, < 1 mm 3. vers	(Indien nodig, verdunnen tot DS < 15% Mixer)	Schudden/mixer
Extractie	H ₂ O 1:5 (V:V) (idem λ)	1M KCl 1:10 (m:V)	Stoomdestillatie of verdunning 1:100 (V:V), filtratie	1. H ₂ O, 1:5 (V:V, 50 ml:250 ml) 2. 1M KCl, 1:10 (m _{dr} :V, 5g dr:50 ml) Cfr BAM/deel 4 3. 1M KCl, 1:20 (m _{dr} :V) (cte L:S _{dr} verhouding)	Stoomdestillatie of verdunning 1:100 (V:V), filtratie cfr BAM/deel 3	Rechtstreekse meting Cfr WAC
Alternatief	1M KCl (hogere resultaten)					
Referentie	EN 13652:2001 (BVM) ⁹	-	-	1. EN 13652:2001 (BVM) 2. – 3. CEN/TS 16177 (Horizontal)		
Opmerking		KCl: max. uitloogbaarheid				

WZ: wijnsteenzuur

*Compost = groencompost, GFT-compost en OBA-compost

HOOFDSTUK 5. BEPALING VAN TOTAAL N

5.1. BESCHRIJVING ONDERZOEK

5.1.1. EVALUATIE DUMAS METHODE

Voor de bepaling van totaal N in compost werd tot op heden de gewijzigde Kjeldahl-N methode zoals beschreven in CMA/2/IV/4 toegepast (destructie met H_2SO_4 /salicylzuur + destillatie + meting). Een alternatieve methode die positief werd geëvalueerd bij digestieanalyses is de Dumas methode (verbranding bij 850°C). Vergelijkende testen werden uitgevoerd op compostmonsters, gedroogd bij 70°C en verijnd < 1 mm. Hierbij dient opgemerkt te worden dat bij de gewijzigde Kjeldahl-N methode een intake van 0.5-0.6 g droog materiaal wordt genomen en bij de Dumas methode bedraagt de intake 0.15-0.18 g droog materiaal. Verfijnen van het monster < 1 mm is bijgevolg aangewezen.

Relevante normmethoden zijn:

- EN 13654-1:2001: Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1: Modified Kjeldahl method¹⁰
- EN 13654-2: 2001: Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 2: Dumas method¹¹
- EN 16168:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of total nitrogen using dry combustion method¹²
- EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen¹³

De bekomen resultaten worden beschreven in paragraaf 5.3.

5.1.2. EVALUATIE KJELDAHL-N METHODE, GEWIJZIGDE KJELADHL-N METHODE EN DE OXIDATIEVE DIGESTIE MET PEROXIDISULFAAT

Bij de bepaling van Kjeldahl-N en totaal N kan een hoog gehalte aan nitraat leiden tot een onderschatting van het N-gehalte. Controlestandaarden werden aangemaakt met een substantiële bijdrage aan nitraat. Deze controlestandaarden werden gedestruëerd volgens de totaal N en de Kjeldahl-N bepaling procedure zoals beschreven in paragraaf 5.2. De resultaten worden besproken in paragraaf 5.4.

Een bijkomende methode voor de bepaling van totaal N is de methode met oxidatieve digestie met peroxidisulfaat (volgens ISO 11905-1:1997 *Water quality – Determination of nitrogen – Part 1: Method using oxidative digestion with peroxodisulfate*¹⁴). Bij deze methode is het vereist dat $\text{TOC} < 40$ mg/l en dat het N-gehalte in de testoplossing max. 5 mg N/l bedraagt. Testen uitgevoerd op standaarden van ammonium, glycine, nicotinezuur en nicotineamide op verschillende concentratieniveaus resulteerden in rendementen tussen 95% en 105%, zolang aan de voorwaarden ($\text{TOC} < 40$ mg/l en conc N in testportie < 5 mg/l) werden voldaan.

Tenslotte werden deze methoden geëvalueerd op effluenten van de mestverwerking zoals beschreven in paragraaf 5.5.

5.2. BESCHRIJVING ANALYSEMETHODEN

De Dumas methode omvat een droge verbranding onder zuurstofatmosfeer bij 850°C. Ongeveer 0.15 à 0.2 g gedroogd en verfijnd monster wordt als intake genomen.

Voor de bepaling van het totaal N gehalte volgens de gewijzigde Kjeldahl-methode werd volgende procedure toegepast:

- 0.1 à 1 g monsters afwegen en in een Kjeldahl destructiebuis brengen
- 10 ml H_2SO_4 /salicylzuur mengsel toevoegen en gedurende 30 minuten op kamertemperatuur laten staan
- 0.5 g natriumthiosulfaat toevoegen, 30 minuten verwarmen bij 125°C
- Afkoelen, Kjeltab toevoegen, 1 u 250°C, 2u 385°C
- Afkoelen, 30 ml ultrapuur water toevoegen
- Destillatie, destillaat opvangen in 30 ml H_2SO_4 0.8N, aanlengen tot 250 ml

Na destructie werden het ammonium gehalte bepaald met het doorstroomanalysesysteem.

Voor de bepaling van Kjeldahl-N werd volgende procedure toegepast:

- 50 ml monster in een Kjeldahl destructiebuis brengen
- 10 ml H_2SO_4 en Kjeltab toevoegen, 1 u 250°C, 2u 385°C
- Afkoelen, 30 ml ultrapuur water toevoegen
- Destillatie, destillaat opvangen in 30 ml H_2SO_4 0.8N, aanlengen tot 250 ml

Voor de bepaling van het totaal N gehalte met de oxidatieve digestie met peroxidisulfaat werd volgende procedure toegepast:

- 25 ml monster
- 5 ml oxidatiereagens toevoegen (kaliumperoxidisulfaat en boorzuur in NaOH)
- oxidatie in destructieblok (DigiPrep™) gedurende 1u bij 95°C
- bij aanwezigheid van deeltjes, filtratie
- aanlengen tot 50 ml

Na destructie werden het nitraat gehalte bepaald met het doorstroomanalysesysteem.

5.3. VERGELIJKENDE ANALYSERESULTATEN VAN TOTAAL N IN COMPOST (GEWIJZIGDE KJELDAHL-N METHODE VERSUS DUMAS)

De duplo analyseresultaten met de totaal N methode (gewijzigde Kjeldahl-N methode) zijn weergegeven in Tabel 8, deze volgens de Dumas methode in Tabel 9. Alle resultaten zijn samengevat in Figuur 5.

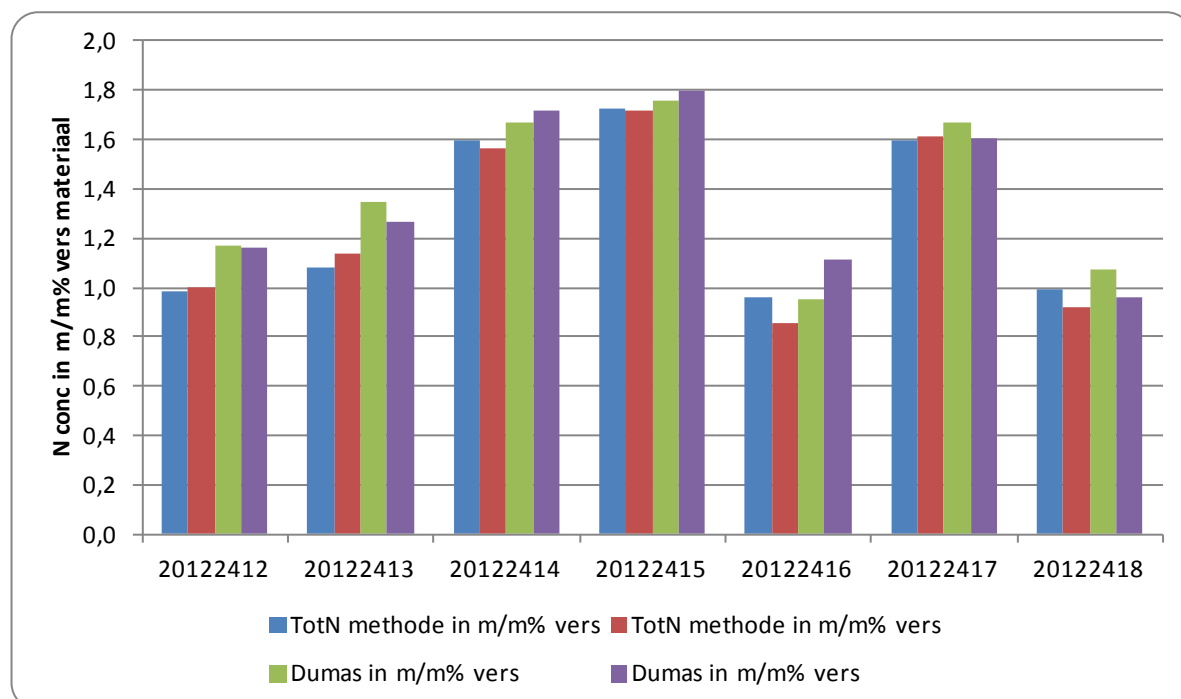
De duplo analyse zijn in goede overeenstemming, resulterend in een procentuele variatiecoëfficiënt van 4.1% voor de gewijzigde Kj-N methode en 4.5% voor de Dumas methode. Bij vergelijking van de 2 methoden wordt een gemiddeld verschil van -0.11 m/m% vers materiaal bekomen, met een lagere meetwaarde voor de gewijzigde Kjeldahl-N methode. Mogelijks ligt een onvolledig rendement van de gewijzigde Kjeldahl-N methode aan de basis van deze lagere waarden in vergelijking met de Dumas methode. Bovendien heeft de Dumas methode als voordeel dat analyseresultaten in een korte tijdspanne worden bekomen in vergelijking met de tijdrovende gewijzigde Kjeldahl-N destructiemethode (omvat destructie, destillatie en meting).

Tabel 8 Duplo analyseresultaten totaal N volgens gewijzigde Kjeldahl-N methode

	TotN methode Meting 1 m/m % vers	TotN methode Meting 2 m/m % vers	Gemidd. m/m % vers	% RSD
20122412	0,98	1,00	0,99	1,4
20122413	1,08	1,14	1,11	3,7
20122414	1,60	1,56	1,58	1,7
20122415	1,72	1,72	1,72	0,3
20122416	0,96	0,86	0,91	7,6
20122417	1,59	1,62	1,60	1,0
20122418	1,00	0,92	0,96	5,8

Tabel 9 Duplo analyseresultaten totaal N volgens Dumas methode

	Dumas methode Meting 1 m/m % vers	Dumas methode Meting 2 m/m % vers	Gemidd. m/m % vers	% RSD
20122412	1,17	1,16	1,17	0,1
20122413	1,35	1,27	1,31	4,5
20122414	1,67	1,72	1,69	2,1
20122415	1,76	1,79	1,78	1,4
20122416	0,95	1,11	1,03	11
20122417	1,67	1,61	1,64	2,6
20122418	1,07	0,96	1,01	7,9



Figuur 5 Resultaten van totaal N van compostmonsters

De bekomen resultaten bevestigen de goede prestatie van de Dumas methode die bovendien een significante tijdsbesparing oplevert bij de analyse. Een meting met de Dumas methode duurt ± 15 minuten, terwijl de gewijzigde Kjeldahl-N methode een destructie, destillatie en meting omvat. Bovendien kan deze laatste methode onderhevig zijn aan destructieverliezen.

5.4. ANALYSERESULTATEN CONTROLEMONSTERS VOOR KJELDAHL-N, TOTAAL N BEPALING EN OXIDATIEVE DIGESTIE MET PEROXIDISULFAAT

Volgende standaarden werden in eerste instantie aangemaakt:

- Controle 1 laag: 1900 mg N/kg bestaande uit 1200 mg/kg $\text{NO}_3\text{-N}$ en 700 mg/kg $\text{NH}_4\text{-N}$
- Controle 2 hoog: 35000 mg N/kg bestaande uit 17000 mg/kg $\text{NO}_3\text{-N}$ en 18000 mg/kg $\text{NH}_4\text{-N}$

In Tabel 10 zijn de resultaten weergegeven van de totaal N bepaling uitgevoerd op de controlestandaarden (laag en hoog). Uit de bekomen resultaten valt af te leiden dat N concentraties op een niveau van 2000 mg/kg (waarvan 63% als nitraat-N) resulteert in goede rendementen. Echter bij een hoog concentratieniveau (± 35000 mg/kg) daarentegen treedt een significante onderschatting van het gehalte op.

Van deze hoge controlestandaard werden nogmaals verschillende destructies en metingen uitgevoerd. Gemiddeld ($n=16$) werd een rendement bekomen van 66% met een % RSD van 4.9%.

Tabel 10 N resultaten van controlestandaarden met totaal N procedure

Monster	Gemeten conc. mg N/kg	Theor. conc. mg N/kg	Rendement %
Controle 1/1	1824	1904	96
Controle 1/2	1704	1904	90
Controle 1/3	2004	1904	105
Controle 2/1	20354	36779	55
Controle 2/2	25318	36779	69
Controle 2/3	19977	34857	57

Uit literatuurgegevens kan afgeleid worden dat deze onderschatting kan toegeschreven worden aan:

- Onvoldoende omzetting van nitraat-N omdat de hoeveelheid salicylzuur niet voldoende is.
- Verlies van ammonium door de combinatie van nitraat en ammonium bij hogere temperaturen (verlies van Kj-N als stikstofoxide).

Om na te gaan of verlies van ammonium optreedt werd de hoge controlestandaard eveneens gedestruëerd met de Kjeldahl-N methode. Gezien nitraat met deze methode niet wordt bepaald, dient in principe enkel het ammonium gehalte voor 100% teruggevonden te worden. In Tabel 11 zijn de bekomen resultaten weergegeven. De bekomen rendementen voor nicotinezuur (105%) en glycine (100%) tonen aan dat de Kjeldahl-N procedure kwaliteitsvol werd uitgevoerd. Voor de hoge controlestandaarden werd voor het totaal N gehalte slechts $\pm 42\%$ rendement bekomen (nitraatgehalte wordt niet mee bepaald). Bij deze bepaling mag men aannemen dat de gemeten N waarde enkel ammonium-N bevat. Bij evaluatie van de gemeten ammonium concentratie tov de theoretische concentratie wordt een rendement bekomen van $\pm 87\%$. Deze resultaten bevestigen dat nitraat interfereert bij de meting omdat de combinatie van nitraat en ammonium bij hoge temperaturen resulteert in de vorming van stikstofoxide. Bijgevolg wordt een onderschatting van het ammonium gehalte bekomen.

Tabel 11 N resultaten van controlestandaard hoog met Kjeldahl-N procedure

Monster	Gemeten conc. mg N/kg ds	Theor. conc. Totaal N mg N/kg ds	Rendement Totaal N %	Theor. conc. NH ₄ -N mg N/kg ds	Rendement NH ₄ -N %
Controle 2/1	15694	37372	42	18297	86
Controle 2/2	15845	37372	42	18297	87
Controle 2/3	16273	37372	44	18297	89
Controle 2/4	15666	37372	42	18297	86
Controle 2/5	15691	37372	42	18297	86

Vervolgens werd de totaal N en Kjeldahl-N bepaling uitgevoerd op verschillende concentratieniveaus van standaardmengsels (50% NH₄ en 50% NO₃). De resultaten voor totaal N zijn weergegeven in Tabel 12 en voor Kjeldahl-N in Tabel 13. Voor de totaal N bepaling worden rendementen tussen 75 en 85% bekomen, wat duidt op verliezen bij deze gehalten aan totaal N (ammonium en nitraat). Bij de Kjeldahl-N bepaling worden voor de verschillende concentratieniveaus vergelijkbare rendementen bekomen i.e. $\pm 42\%$ voor totaal N (nitraat wordt niet mee bepaald) en $\pm 86\%$ voor ammonium-N.

Tabel 12 N resultaten van controlestandaarden met totaal N procedure (deel 2)

Monster	Gemeten conc. mg N/kg	Theor. conc. mg N/kg	Rendement %
Controle 1/1	3895	5015	78
Controle 1/2	3779	5015	75
Controle 2/1	8330	10029	83
Controle 2/2	8748	10029	87
Controle 3/1	17089	20059	85
Controle 3/2	17110	20059	85

Tabel 13 N resultaten van controlestandaarden met Kjeldahl-N procedure (deel 2)

Monster	Gemeten conc. mg N/kg ds	Theor. conc. Totaal N mg N/kg ds	Rendement Totaal N %	Theor. conc. NH ₄ -N mg N/kg ds	Rendement NH ₄ -N %
Controle 1/1	2110	5015	42	2513	84
Controle 1/2	2124	5015	42	2513	85
Controle 2/1	4174	10029	42	5026	83
Controle 2/2	4162	10029	41	5026	83
Controle 3/1	8578	20059	43	10052	85
Controle 3/2	8846	20059	44	10052	88

Een bijkomende methode voor de bepaling van totaal N is de methode met oxidatieve digestie met peroxidisulfaat (volgens ISO 11905-1:1997 *Water quality – Determination of nitrogen – Part 1: Method using oxidative digestion with peroxodisulfate*). Bij deze methode is het vereist dat TOC < 40 mg/l en dat het N-gehalte in de testoplossing max. 5 mg N/l bedraagt. Testen uitgevoerd op standaarden van ammonium, glycine, nicotinezuur en nicotineamide op verschillende

concentratieniveaus resulteerden in rendementen tussen 95% en 105%, zolang aan de voorwaarden (TOC < 40 mg/l en conc N in testportie < 5 mg/l) werden voldaan.

Deze methode werd toegepast op de 3 controlestandaarden van ± 5000 , ± 10000 en ± 20000 mg N/kg ds. Hierbij werd geen rekening gehouden met de eis van < 5 mg N/l in de testportie om de capaciteit van de oxidatie in te schatten. De bekomen resultaten, weergegeven in Tabel 14, tonen aan dat het rendement onvoldoende is (range 48 tot 59%). Dit kan toegeschreven worden aan het feit dat de N concentratie in de testportie te hoog is (range 400 tot 100 mg N/l) waardoor te weinig oxidatiemiddel ter beschikking is voor het bekomen van maximale rendementen. De resultaten tonen aan dat bij toepassing van de oxidatieve digestie met peroxidisulfaat de nodige verdunningen dienen ingezet te worden om aan de vooropgestelde eisen te kunnen voldoen.

Tabel 14 Totaal N resultaten van controlestandaarden met oxidatieve digestie

Monster	Gemeten conc. mg N/kg	Theor. conc. mg N/kg	Rendement %	N conc. testportie in mg N/l*
Controle 1/1	2973	5015	59	100
Controle 1/2	2972	5015	59	100
Controle 2/1	5331	10029	53	201
Controle 2/2	5363	10029	53	201
Controle 3/1	9616	20059	48	401
Controle 3/2	9620	20059	48	401

*Eis: N < 5 mg N/l

5.5. TOTAAL N BEPALING VAN EFFLUENTEN VAN DE MESTVERWERKING

Voor de bepaling van totaal N in behandelde mestproducten werden 3 effluënten van de mestverwerking (Vitonummers 20115632, 20115633 en 20115634) gecollecteerd.

Bij de analyse van de effluënten werd de Kjeldahl-N bepaling en de TON bepaling uitgevoerd, telkens in duplo. De bekomen resultaten zijn weergegeven in Tabel 15. Bij deze monsters is het gehalte aan TON substantieel tov het Kjeldahl-N gehalte (range 20 to 40%). De duplo analyses resulteren in een procentuele variatiecoëfficiënt (CV_R) van 4.30%.

Tabel 15 Totaal N resultaten van de effluënten van mestverwerking

monsternr	Kj-N g/kg VM*	TON g/kg VM	Ratio TON/Kj-N g/kg VM	Tot N = Kj-N+TON g/kg VM
20115632/1	0,870	0,223	20,39%	1,09
20115632/2	0,914	0,220	19,42%	1,13
20115633/1	0,210	0,049	18,98%	0,26
20115633/2	0,213	0,052	19,59%	0,26
20115634/1	0,794	0,527	39,88%	1,32
20115634/2	0,764	0,436	36,34%	1,20

Analysen uitgevoerd in december 2011

* stel dichtheid = 1kg/l

Bijkomend werd in een latere fase op dezelfde monsters de totaal N bepaling uitgevoerd volgens enerzijds de gewijzigde Kjeldahl-N methode (duplo metingen) en anderzijds de oxidatieve digestie (duplo meting). De resultaten zijn beschreven in Tabel 16. Bij de oxidatieve digestiemethode werd voldaan aan de vooropgestelde eis (TOC < 40 mg/l en N-gehalte in de testoplossing max. 5 mg N/l). De bekomen resultaten tonen aan dat voor de oxidatieve digestie vergelijkbare resultaten worden bekomen als met (Kj-N+TON), terwijl bij toepassing van de gewijzigde Kjeldahl-N (= totaal N) methode er bij de hogere concentratie onderschattingen kunnen optreden. Bij dit laatste monsters is de bijdrage aan nitraat ($\pm 37\%$) substantieel tov het totaal N gehalte. De duplo analyses resulteren in een procentuele variatiecoëfficiënt (CV_R) van 3.1% voor de oxidatieve digestie en 4.3% voor de gewijzigde Kj-N methode.

Tabel 16 Totaal N resultaten van de effluënten van mestverwerking (deel 2)

monsternr	NPOC** screening mg C/l	Verdunning monster vóór oxidatie	Tot. N (oxid. digestie) g/kg VM*	Tot. N (gewijzigde Kj-N) g/kg VM
20115632/1	4400	250	0.96	0.90
20115632/2	4400	250	0.96	0.92
20115633/1	600	100	0.21	0.21
20115633/2	600	100	0.22	0.19
20115634/1	750	400	1.41	0.88
20115634/2	750	400	1.41	0.82

Analysen uitgevoerd in mei 2012

* stel dichtheid = 1kg/l

** Niet purgeerbare organische koolstof

Voor de bepaling van het totaal N gehalte in effluënten kan verwezen worden naar de methoden (incl. randvoorwaarden) die van toepassing zijn voor afvalwater (beschreven in Compendium voor analyse van water WAC/III/D).

5.6. BESLUIT BEPALING TOTAAL N IN DE DIVERSE MATRIXTYPES

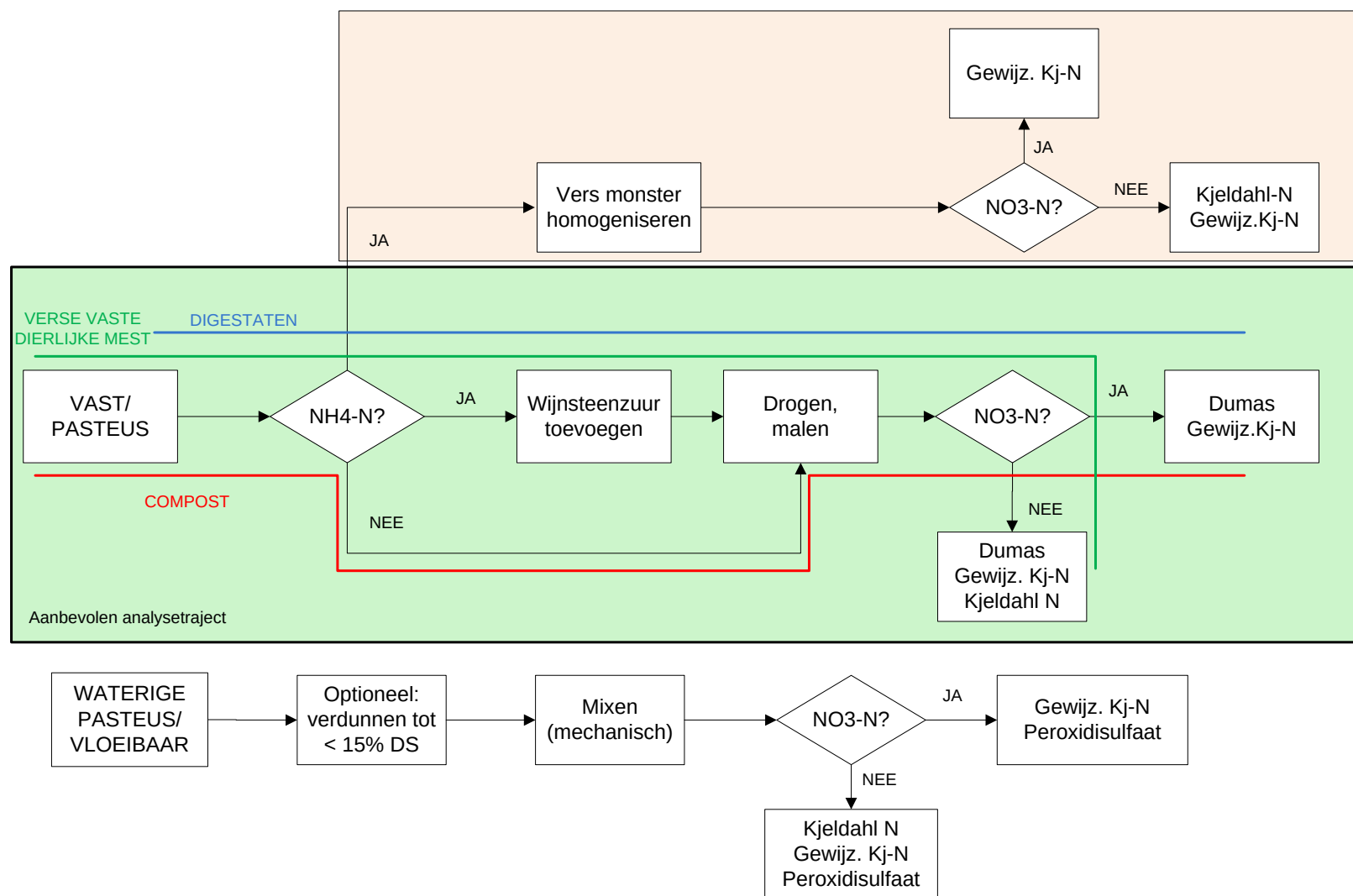
Voor de bepaling van totaal N in de diverse matrixtypes zijn verschillende methoden toepasbaar. Echter in functie van het matrixtype kan een verschillende analysetraject (i.e. monstervoorbehandeling/destructie/meting) worden uitgewerkt. In Figuur 6 is schematisch weergegeven welke methodiek kan toegepast worden ifv het matrixtype en de samenstelling ervan. Voor de vaste en steekvaste pasteuze monsters is een aanbevolen analysetraject weergegeven voor de matrices compost, verse vaste dierlijke mest en digestaten.

LEGENDE

Totaal N = gewijzigde Kjeldahl-N methode, destructie met H_2SO_4 /salicylzuurmengsel

Peroxidisulfaat = oxidatieve digestie met peroxidisulfaat

Dumas = verbranding bij 850°C onder O_2 atmosfeer



Figuur 6 Schematische weergave totaal N bepaling van bodemverbeterende middelen (vast/pasteus/vloeibaar)

Besluit: Toe te passen methode wordt bepaald in functie van het matrixtype (zie Figuur 6)

- Compost (groen-GFT- en OBA-compost) - CMA
 - o Drogen bij 70°C, verfijnen < 1 mm
 - o Dumas methode of gewijzigde Kj-N methode
- Ruwe dierlijke vaste mest – BAM (cfr BAM/deel 4)
 - o Drogen met wijnsteenzuur, verfijnen < 1 mm (cfr BAM/deel 4)
 - o Dumas methode, Kjeldahl-N methode of gewijzigde Kj-N methode
- Vaste en pasteuze monsters – CMA, in BAM verwijzing naar CMA opnemen
 - o Drogen met wijnsteenzuur, verfijnen < 1 mm
 - o Dumas methode, Kjeldahl-N methode of gewijzigde Kj-N methode
- Ruwe vloeibare dierlijke mest – BAM (cfr BAM/deel 3)
 - o Vers monster
 - o Gewijzigde Kj-N methode
- Vloeibare (DS > 2%) en waterige pasteuze monsters – CMA, in BAM verwijzing naar CMA opnemen
 - o Vers monster
 - o Gewijzigde Kj-N methode
- Vloeibare monsters met DS < 2% - CMA, in BAM verwijzing naar CMA opnemen
 - o Analyse als afvalwater cfr WAC/III/D

HOOFDSTUK 6. BEPALING VAN ELEMENTEN

6.1. BESCHRIJVING ONDERZOEK

Voor de bepaling van metalen zijn de destructiemethoden beschreven in CMA/2/IV/6 § 4.3, 4.4 en 4.5. De eerste methode beschrijft een verassing bij 450°C gevolgd door een HNO₃ digestie en is toepasbaar voor de bepaling van de zware metalen (excl. Hg) en de nutriënten. De 2^{de} methode beschrijft een destructie onder refluxcondities met HNO₃, H₂SO₄ en H₂O₂ voor de bepaling van Hg. De 3^{de} methode is inzetbaar voor de bepaling van de zware metalen (incl. Hg) en de nutriënten. Deze omvat een aqua regia destructie onder refluxcondities conform EN 13650 *Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements*¹⁵. Alle analyses worden uitgevoerd op een gedroogd monster dat verijnd is tot < 1 mm.

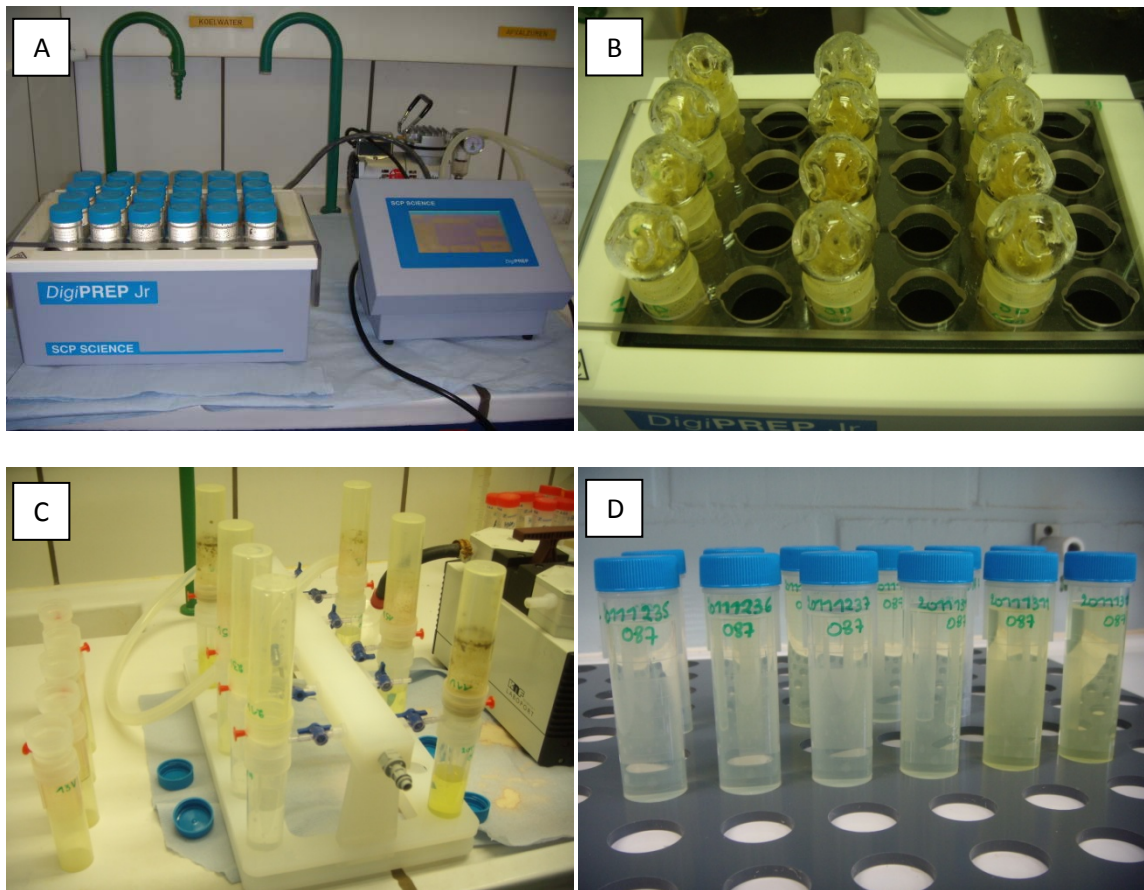
In het BAM compendium wordt totaal P eveneens bepaald op het gedroogde monsters dat verijnd is tot < 1 mm. Het monster wordt verast bij 550°C gevolgd door een HNO₃ digestie. Zowel een spectrofotometrische bepaling als een ICP-AES meting zijn toegestaan.

In de Horizontal normmethode EN 16174:2012 *Sludge, treated biowaste and soil - Digestion of aqua regia soluble fractions of elements*¹⁶ is de aqua regia destructie beschreven en deze is toepasbaar voor de bepaling van de elementen: As, Ba, Cd, Cr, Co, Cu, Fe, Hg, Mo, Ni, Se, Sr, Tl, V, Zn, P en S. Volgende methodieken zijn opgenomen:

- Methode A: koken onder reflux voor 2 uur, filtratie (vergelijkbaar met EN 13650)
- Methode B: microgolf destructie voor 20 min in een gesloten recipiënt, filtratie
- Methode C: microgolf destructie bij (175 ± 5) °C for (10 ± 1) min. in een gesloten recipiënt, filtratie

Als alternatieve methode voor het uitvoeren van de aqua regia destructie onder reflux is de verwarmbare destructieblok (Figuur 7 A) een mogelijkheid. Deze methodiek werd reeds positief geëvalueerd voor de bepaling van elementen in digestaten.

Deze grafieten destructieblok (24 tot 48 posities) is Teflon gecoat om te kunnen weerstaan aan agressieve zuren en kan opgewarmd worden tot 180°C. In de destructieblok kunnen geïndustrialiseerde destructiebuizen (Figuur 7 D) geplaatst worden die uitgerust zijn met een compacte condensor voor een efficiënt refluxproces (Figuur 7 B). De destructies van de monsters kunnen uitgevoerd worden met HNO₃:HCl (aqua regia) bij een destructietemperatuur van 105°C (stapsgewijze opwarming). De gedeutereerde monsters kunnen vervolgens gefiltreerd worden met een filtratie eenheid (Figuur 7 C).



Figuur 7 A en B: Destructieblok met controller; B: destructiebuizen met condensor; C: filtratie eenheid; D: destructiebuizen

In 2011 werd deze destructiemethode reeds positief geëvalueerd voor de bepaling van metalen en P in digestaten³. Ook voor de matrix vaste en vloeibare dierlijke mest werd deze destructiemethode positief beoordeeld¹⁷. Om de inzetbaarheid van deze techniek na te gaan voor de bepaling van elementen (As, Cd, Cu, Cr, Ni, Pb, Zn, Mo, Se, Sb, Co en P) in compostmonsters werden er binnen het VITO laboratorium vergelijkende testen uitgevoerd.

De compostmonsters werden enerzijds gedestruëerd met de huidige ontsluitingsmethode cfr CMA/2/IV/6 § 4.5 (aqua regia destructie met de klassieke reflux opstelling) en anderzijds met aqua regia onder reflux met de destructieblok. De destructie oplossingen werden gemeten met ICP-AES voor de bepaling van de gehalten aan elementen.

Alle analyses werden uitgevoerd op de gedroogde monsters (70°C) die verfijnd zijn tot < 1 mm. Volgende destructiewijze werd toegepast bij de ontsluiting met de destructieblok: 1 g gedroogd monster werd in de destructiebuis (50 ml) gebracht. Stapsgewijs werd 4 ml HNO₃ en 12 ml HCl toegevoegd. Na ± 2 uur werd het in de destructieblok geplaatst en de condensor werd op het recipiënt geplaatst. Volgend destructieprogramma werd toegepast:

- opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;
- opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
- opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.

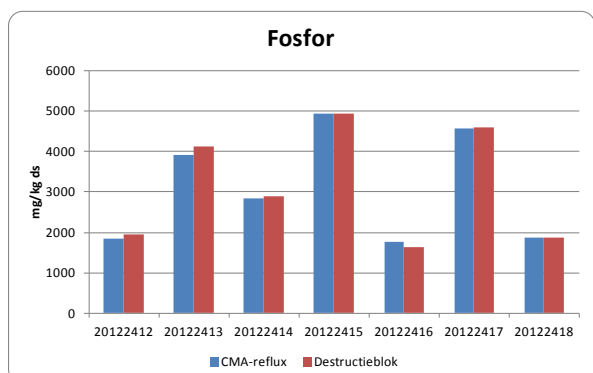
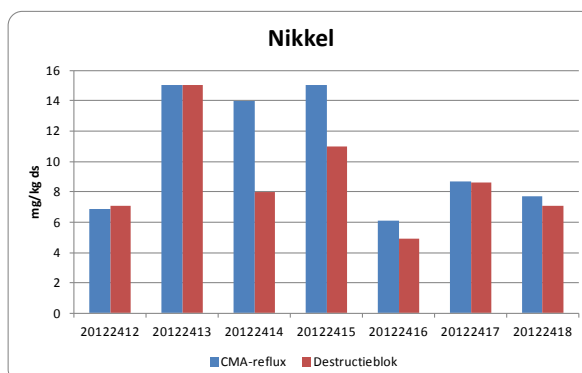
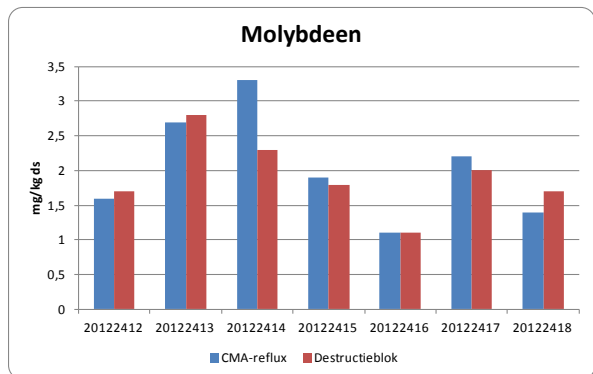
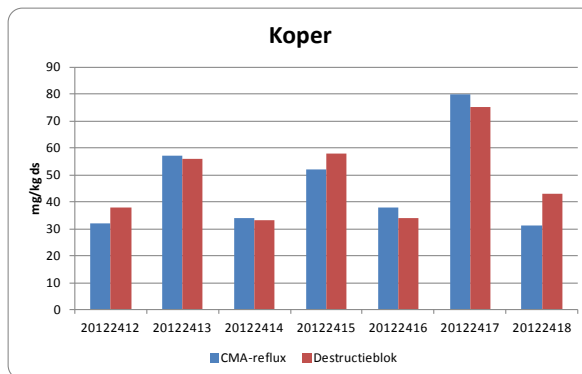
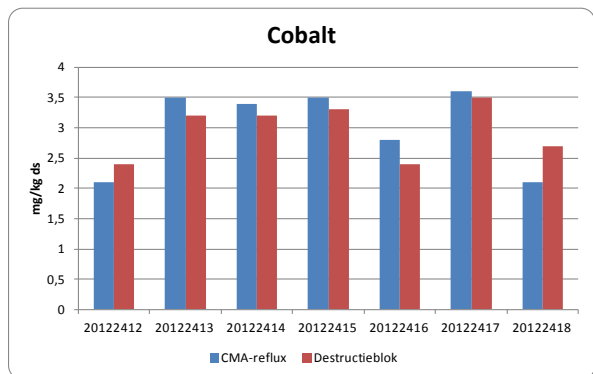
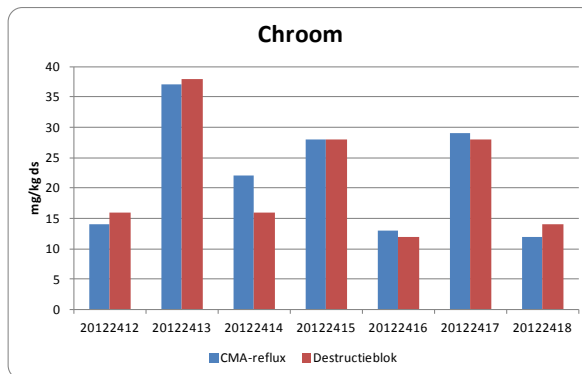
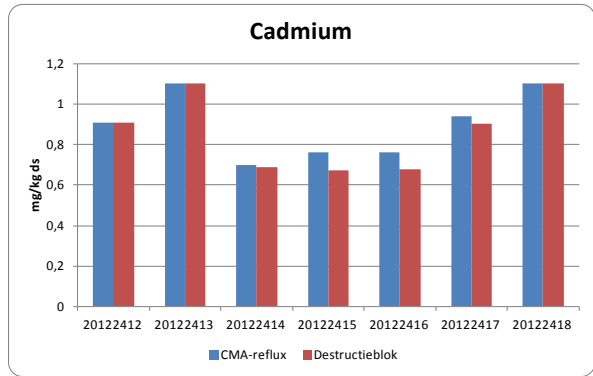
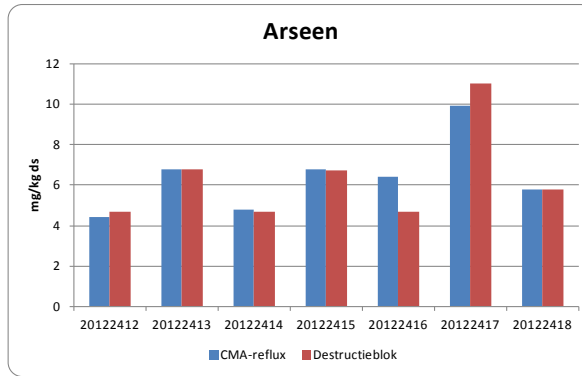
Na destructie werd het monster gefiltreerd en aangelengd met ultra puur water tot 50 ml.

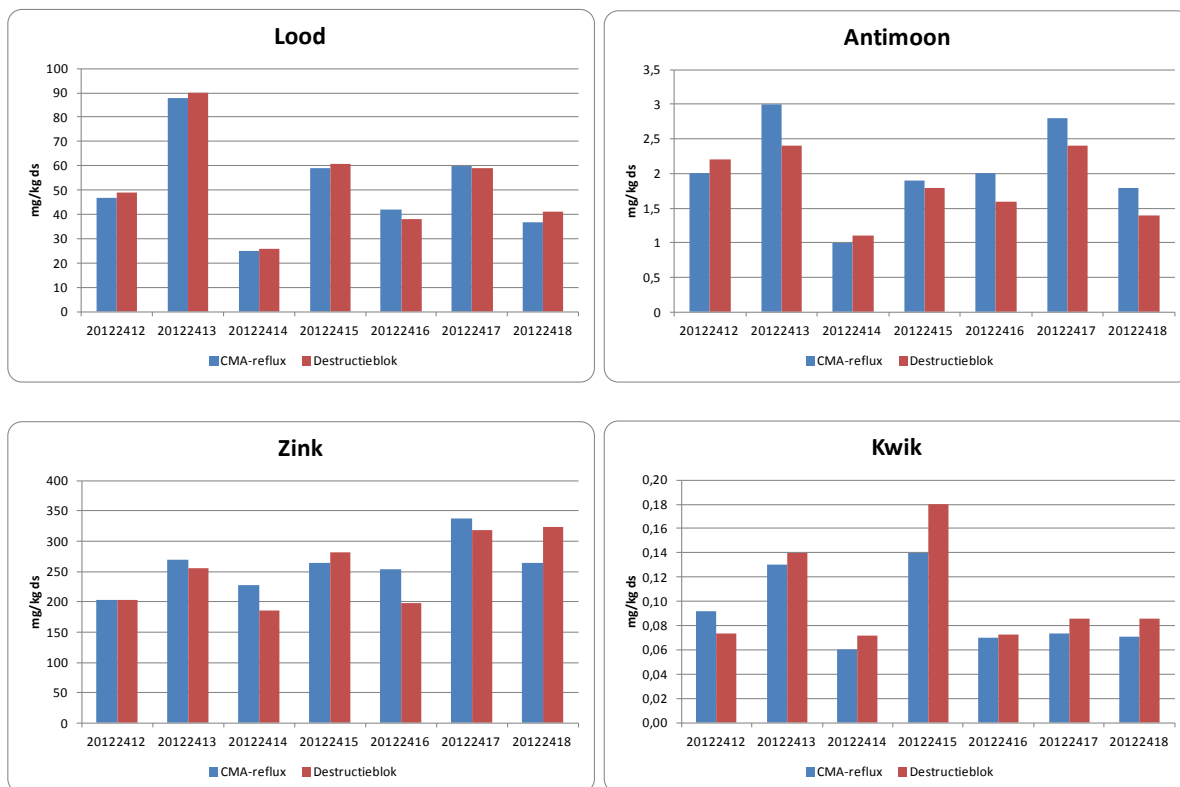
6.2. ANALYSERESULTATEN VAN ELEMENTBEPALINGEN IN COMPOST

In Tabel 17 zijn de resultaten weergegeven van de elementanalyses bepaald op de verschillende composten. In Figuur 8 zijn de bekomen resultaten grafisch weergegeven. Voor de verschillende elementen zijn de resultaten in goede overeenstemming. De kleine verschillen in analyseresultaat tussen de 2 destructiemethoden kunnen eerder worden toegeschreven aan de ICP-AES meting dan aan de toegepaste destructiemethode. Voor het element Zn treedt er een bijkomende spreiding op, toe te wijzen aan de heterogeniteit van het compostmonster.

Tabel 17 Resultaten elementanalyses van compostmonsters

		2012 2412	2012 2413	2012 2414	2012 2415	2012 2416	2012 2417	2012 2418
As	CMA-reflux	4,4	6,8	4,8	6,8	6,4	9,9	5,8
	Destructieblok	4,7	6,8	4,7	6,7	4,7	11	5,8
Cd	CMA-reflux	0,91	1,1	0,70	0,76	0,76	0,94	1,1
	Destructieblok	0,91	1,1	0,69	0,67	0,68	0,90	1,1
Co	CMA-reflux	2,1	3,5	3,4	3,5	2,8	3,6	2,1
	Destructieblok	2,4	3,2	3,2	3,3	2,4	3,5	2,7
Cr	CMA-reflux	14	37	22	28	13	29	12
	Destructieblok	16	38	16	28	12	28	14
Cu	CMA-reflux	32	57	34	52	38	80	31
	Destructieblok	38	56	33	58	34	75	43
Hg	CMA-reflux	0,092	0,13	0,061	0,14	0,070	0,074	0,071
	Destructieblok	0,074	0,14	0,072	0,18	0,073	0,086	0,086
Mo	CMA-reflux	1,6	2,7	3,3	1,9	1,1	2,2	1,4
	Destructieblok	1,7	2,8	2,3	1,8	1,1	2,0	1,7
Ni	CMA-reflux	6,9	15	14	15	6,1	8,7	7,7
	Destructieblok	7,1	15	8	11	4,9	8,6	7,1
P	CMA-reflux	1850	3920	2840	4930	1770	4560	1870
	Destructieblok	1950	4120	2890	4940	1640	4590	1870
Pb	CMA-reflux	47	88	25	59	42	60	37
	Destructieblok	49	90	26	61	38	59	41
Sb	CMA-reflux	2,0	3,0	1,0	1,9	2,0	2,8	1,8
	Destructieblok	2,2	2,4	1,1	1,8	1,6	2,4	1,4
Se	CMA-reflux	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25
	Destructieblok	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25	< 1,25
Zn	CMA-reflux	203	270	227	264	254	338	265
	Destructieblok	203	256	185	282	198	319	324





Figuur 8 Vergelijkende resultaten elementanalysen van compostmonsters

Besluit:

- Voor de matrix compost is de aqua regia destructie met de destructieblok en gebruikmakend van bolkoeler mogelijk.

Consequentie:

- CMA/2/IV/6: voor de matrix bodemverbeterende middelen (compost en digestaten) kan de aqua regia destructie aangevuld worden met een ontsluiting met de destructieblok. Bij gebruik van bolkoelers is deze destructie cfr EN 13650 *Soil improvers and growing media* en EN 16174 *Sludge, treated biowaste and soil*.

HOOFDSTUK 7. EVALUATIE METHODEN PER PARAMETER EN CONSEQUENTIE NAAR CMA EN BAM

Op basis van de bekomen resultaten en beschikbare informatie kunnen de compendia CMA (matrix *Compost* wijzigt in matrix *Bodemverbeterende middelen (BVM)*) en BAM (Vaste en vloeibare dierlijke mest) aangevuld worden. Afhankelijk van de te analyseren parameter zijn deze wijzigingen al dan niet beduidend.

Wat betreft CMA, dient voor alle CMA methoden (matrix: BVM) het toepassingsgebied aangepast te worden met een duidelijke omschrijving van de matrixtypes bv. vast/pasteus/vloeibaar met DS kleiner of groter dan 2%/compost.

In Tabel 18 is een overzicht gegeven van de huidig beschikbare methoden in CMA of BAM voor de matrices compost, niet-verwerkte vaste en vloeibare dierlijke mestproducten.

In Tabel 19 is een overzicht gegeven van voorstel van methodiek voor de relevante parameters.

In Tabel 20 en Tabel 21, respectievelijk is een overzicht gegeven van de verschillende CMA en BAM methoden met vermelding van de aanpassingen die dienen uitgevoerd te worden. Maximaal mogelijk wordt in BAM voor de analyse van digestaten verwezen naar de methoden beschreven in CMA.

Tabel 18 Huidige beschikbare methoden per parameter in functie van het matrixtype

Parameter	Compost*	Vaste dierlijke mest**	Vloeibare dierlijke mest**
Vocht/Droge stof	CMA/2/IV/1 (EN 13040:2007)	BAM/deel 4/03 (NEN 7432:1998)	BAM/deel 3/03 (NEN 7432:1998)
Temperatuur	CMA/2/IV/2	NVT	NVT
Organische stof en koolstofgehalte	CMA/2/IV/3 (EN 13039:2011*)	NVT	NVT
Totale stikstof	CMA/2/IV/4 (EN 13654-1, EN 13654-2:2001, ISO 11261:1995)	BAM/deel 4/06 (NEN 7437:1998)	BAM/deel 3/06 (NEN 7437:1998)
Koolstof/stikstof (C/N) verhouding	CMA/2/IV/5	NVT	NVT
Bereiding van extracten en analyseoplossingen	CMA/2/IV/6 (EN 13652:2001, EN 13650:2001)	NVT	NVT
Ammonium- en nitraatstikstof	CMA/2/IV/7	BAM/deel 4/05	BAM/deel 3/05
Kiemkrachtige zaden	CMA/2/IV/10	NVT	NVT
Gehalte aan steentjes en graad van verontreiniging	CMA/2/IV/11	NVT	NVT
Fytotoxiciteit	CMA/2/IV/12	NVT	NVT

Parameter	Compost*	Vaste dierlijke mest**	Vloeibare dierlijke mest**
Zuurtegraad en totaal zout	CMA/2/IV/13 (EN 13037:2011, EN 13038:2011)	NVT	NVT
Totaal en extraheerbaar fosfor	CMA/2/IV/14	BAM/deel 4/04	BAM/deel 3/04
Totaal en extraheerbaar kalium	CMA/2/IV/15	NVT	NVT
Totaal en extraheerbaar calcium	CMA/2/IV/16	NVT	NVT
Totaal en extraheerbaar magnesium	CMA/2/IV/17	NVT	NVT
Chloride	CMA/2/IV/18	NVT	NVT
Zware metalen	CMA/2/IV/19	NVT	NVT
Kwik	CMA/2/IV/20	NVT	NVT
Fijnheid	CMA/2/IV/21	NVT	NVT
Rijpheidgraad (zelfverhittingstest)	CMA/2/IV/22 (EN 16087-2:2011)	NVT	NVT
Plantenverdraagzaamheid	CMA/2/IV/23	NVT	NVT
Volumedichtheid	CMA/2/IV/24 (EN 13040:2007)	NVT	NVT
Stabiliteit met gesloten respirometer	CMA/2/IV/25 (ISO 14851:1999)	NVT	NVT
Monstervoorbehandeling	CMA/5/B.1 (EN 13040:2007, NEN 7430:1998, NEN 7431:1998)	BAM/deel 4/02 (NEN 7431:1998)	BAM/deel 3/02 (NEN 7430:1998)

*De compostmethoden zijn veelal gebaseerd op de Europese normmethoden van *Bodemverbeterende middelen*. Niettegenstaande zijn er (beperkte) verschillen in uitvoering tussen de overeenkomstige CMA methode en de EN norm.

**De BAM methoden zijn veelal gebaseerd op de Nederlands normmethoden van *Dierlijke mest en mestproducten*.

NVT: niet van toepassing

Tabel 19 Voorstel van analysemethode per erkenningsparameter en in functie van het matrixtype

Parameter	Compost***	Ruwe vaste dierlijke mest	Ruwe vloeibare dierlijke mest	Monsters vast/pasteus-steekvast	Monsters vloeibaar DS > 2%/waterig pasteus	Monsters vloeibaar met DS < 2%
Vocht/Droge stof	CMA/2/IV/1 (EN 13040:2007, EN 15934:2012)	BAM/deel 4/03 (NEN 7432:1998, EN 15934:2012)	BAM/deel 3/03 (NEN 7432:1998, EN 15934:2012)	CMA/BAM (EN 15934:2012)	CMA/BAM (EN 15934:2012)	WAC
Temperatuur	CMA/2/IV/2	Methode schrappen				
Organische stof en koolstofgehalte	CMA/2/IV/3 (EN 13039:2011 , EN 15935:2011)	NVT	NVT	CMA/2/IV/3 (EN 15935:2011)	CMA/2/IV/3 (EN 15935:2011)	NVT
Totale stikstof (zie Figuur 6)	CMA/2/IV/4 (EN 13654-1:2001, EN 13654-2:2001, EN 16168:2012, EN 16169:2012 ISO 11261:1995)	BAM/deel 4/02 (NEN 7431:1998) BAM/deel 4/06 (NEN 7437:1998)	BAM/deel 3/02 (NEN 7430:1998) BAM/deel 3/06 (NEN 7437:1998)	BAM/deel 4/02 (NEN 7431:1998) CMA/2/IV/4 (EN 13654-1:2001, EN 13654-2:2001, EN 16168:2012, EN 16169:2012)	BAM/deel 3/02 (NEN 7430:1998) CMA/2/IV/4 (EN 13654-1:2001, EN 13654-2:2001, EN 16168:2012, EN 16169:2012)	WAC
Koolstof/stikstof (C/N) verhouding	CMA/2/IV/5	Methode schrappen				
Bereiding van extracten en analyseoplossingen:						
NH ₄ +NO ₃ (zie Tabel 7)	CMA/2/IV/6 (EN 13652:2001)	BAM/deel 4/02 (NEN 7431:1998)	BAM/deel 3/02 (NEN 7430:1998)	BAM/deel 4/02 (NEN 7431:1998)	BAM/deel 3/02 (NEN 7430:1998)	WAC
		BAM/deel 4/05	BAM/deel 3/05	BAM/deel 4/05	BAM/deel 3/05	WAC
Elementen/Hg/P	CMA/2/IV/6 (EN 13650:2001)	BAM/deel 4/04 (EN 13650:2001 EN 16174:2012)	BAM/deel 3/04 (EN 13650:2001 EN 16174:2012)	CMA/2/IV/6 (EN 13650:2001 EN 16174:2012)	CMA/2/IV/6 (EN 13650:2001 EN 16174:2012)	
Ammonium- en nitraatstikstof	CMA/2/IV/7*	BAM/deel 4/05*	BAM/deel 3/05*	CMA/2/IV/7*	CMA/2/IV/7*	WAC

Parameter	Compost***	Ruwe vaste dierlijke mest	Ruwe vloeibare dierlijke mest	Monsters vast/pasteus-steekvast	Monsters vloeibaar DS > 2%/waterig pasteus	Monsters vloeibaar met DS < 2%
Kiemkrachtige zaden	CMA/2/IV/10	NVT	NVT	CMA/2/IV/10	CMA/2/IV/10	NVT
Gehalte aan steentjes en graad van verontreiniging	CMA/2/IV/11 (FprCEN/TS 16202)	NVT	NVT	CMA/2/IV/11 (FprCEN/TS 16202)	CMA/2/IV/11 (FprCEN/TS 16202)	NVT
Fytotoxiciteit	CMA/2/IV/12	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT
Zuurtegraad en elektrische geleidbaarheid	CMA/2/IV/13	NVT	NVT	CMA/2/IV/13	CMA/2/IV/13	
Totaal-zout	(EN 13037:2011, EN 15933:2012)			aanpassen cfr EN (EN 13037:2011, EN 15933:2012)	aanpassen cfr EN (EN 13037:2011, EN 15933:2012)	WAC
Elektrische geleidbaarheid	(EN 13038:2011, FprCEN/TS 15937)			(EN 13038:2011, FprCEN/TS 15937)	(EN 13038:2011, FprCEN/TS 15937)	WAC
Totaal en extraheerbaar fosfor	Zie CMA/2/IV/19	BAM/deel 4/04	BAM/deel 3/04	Zie Elementen	Zie Elementen	Zie Elementen
Totaal en extraheerbaar kalium	Zie CMA/2/IV/19	NVT	NVT	Zie Elementen	Zie Elementen	Zie Elementen
Totaal en extraheerbaar calcium	Zie CMA/2/IV/19	NVT	NVT	Zie Elementen	Zie Elementen	Zie Elementen
Totaal en extraheerbaar magnesium	Zie CMA/2/IV/19	NVT	NVT	Zie Elementen	Zie Elementen	Zie Elementen
Chloride	CMA/2/IV/18	Methode schrappen				
Zware metalen	CMA/2/IV/19**	NVT	NVT	CMA/2/IV/19**	CMA/2/IV/19**	WAC
Kwik	CMA/2/IV/20**	NVT	NVT	CMA/2/IV/20**	CMA/2/IV/20**	WAC
Fijnheid	CMA/2/IV/21	NVT	NVT	NVT	NVT	NVT
Rijpheidgraad (zelfverhittingstest)	CMA/2/IV/22 (EN 16087-2:2011)	NVT	NVT	CMA/2/IV/22 (EN 16087-2:2011)	NVT	NVT
Plantenverdraagzaamheid	CMA/2/IV/23	Methode schrappen				
Volumedichtheid	CMA/2/IV/24 (EN 13040:2007)	NVT	NVT	CMA/2/IV/24 (EN 13040:2007)	CMA/2/IV/24 (EN 13040:2007)	NVT
Stabiliteit met gesloten respirometer	CMA/2/IV/25 (ISO 14851:1999)	NVT	NVT	CMA/2/IV/25 (ISO 14851:1999)	CMA/2/IV/25 (ISO 14851:1999)	NVT

Parameter	Compost***	Ruwe vaste dierlijke mest	Ruwe vloeibare dierlijke mest	Monsters vast/pasteus- steekvast	Monsters vloeibaar DS > 2%/ waterig pasteus	Monsters vloeibaar met DS < 2%
Monstervoorbehandeling	CMA/5/B.1 (EN 13040:2007, NEN 7430:1998, NEN 7431:1998)	BAM/deel 4/02 (NEN 7431:1998)	BAM/deel 3/02) (NEN 7430:1998)	CMA/5/B.1 (EN 13040:2007, NEN 7430:1998, NEN 7431:1998)	CMA/5/B.1 (EN 13040:2007, NEN 7430:1998, NEN 7431:1998)	CMA/5/B.1 (EN 13040:2007, NEN 7430:1998, NEN 7431:1998)

*Analysemethoden voor ammonium en nitraat actualiseren.

**Verwijzing naar koepelnorm CMA/1/B opnemen.

***Compost omvat GFT-, groen- en OBA-compost

NVT: niet van toepassing

Opmerking: In Tabel 20 in de kolom 'Referentie' is de volledige beschrijving van de hierboven vermelde EN en NEN normen opgenomen.

Tabel 20 Voorstel aanpassingen CMA-Bodemverbeterende middelen

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
CMA/2/IV/1	Vocht/droogrest	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Matrix vloeibaar met DS < 2%: WAC/III/A/001 CMA methode behouden mits aanpassingen: Korte beschrijving opnemen van praktische uitvoering: - Drogen bij 105 ± 5°C - Voordrogen bij 70°C mogelijk (a+p factor) Opmerking behouden: Indien de monsters overnacht (minstens 14 uur) worden gedroogd op 105°C, mag aangenomen worden dat het drogen volledig is. Voor deze monsters is de controle van het drogen tot constant gewicht niet nodig.	EN 15934:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Calculation of dry matter by determination of dry residue or water content¹⁸ 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 density¹⁹
CMA/2/IV/2	Temperatuur	Methode schrappen	
CMA/2/IV/3	Organische stof en koolstofgehalte	CMA methode behouden mits aanpassingen gebaseerd op EN 15935: Korte beschrijving opnemen van praktische uitvoering: - Drogen bij 550 ± 25°C gedurende min. 4 uur - Voor monsters met hoog gehalte aan organisch materiaal wordt een trage opwarming voorzien (KT° tot 250°C in 50 min., traag opwarmen tot 550°C en 4 uur bij 550°C). Opmerking toevoegen: Indien de monsters gedurende 4 uur verast worden bij (550 ± 25)°C, kan worden aangenomen dat het verassen compleet is. Voor deze monsters dient geen bijkomende verassing te worden uitgevoerd.	EN 15935:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste - Determination of loss on ignition²⁰ EN 13039:2011 Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash²¹
CMA/2/IV/4	Totale stikstof	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar	EN 13654-1: 2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1:

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
		- Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Matrix vloeibaar met DS < 2%: WAC/III/D Grondige aanpassing van CMA methode vereist – zie schema Figuur 6.	Modified Kjeldahl method ¹⁰ EN 13654-2: 2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 2: Dumas method ¹¹ EN 16168:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of total nitrogen using dry combustion method ¹² EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen ¹³ EN 13342:2000 Characterization of sludges - Determination of Kjeldahl nitrogen (=CMA/2/II/A.16) ²²
CMA/2/IV/5	Koolstof/stikstof (C/N) verhouding	Methode schrappen	
CMA/2/IV/6	Bereiding van extracten en analyseoplossingen	Toepasbaar voor alle matrixtypes met uitzondering van vloeibare matrices met DS < 2%. Matrix vloeibaar met DS < 2%: verwijzen naar WAC Toe te passen methodiek voor ammonium/nitraat : - methodiek compost behouden - vaste en pasteuze monsters cfr BAM/deel 4/02 en BAM/deel 4/05 - vloeibare en waterige pasteuze monsters cfr BAM/deel 3/02 en BAM/deel 3/05. CMA methode behouden mits aanpassingen cfr voorgestelde methodieken en volgende opmerkingen: - §4.2 Bereiden van ammoniumacetaatextract: schrappen - Te bepalen metalen: nieuwe parameters (Co, Mo, Sb, Se) opnemen - Metalen en P: Destructie met destructieblok (DigiPrep) toevoegen + verwarmings-	CEN/TS 16177:2010 Sludge, treated biowaste and soil - Extraction for the determination of extractable ammonia, nitrate and nitrite ⁸ EN 13652:2001 Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble nutrients and elements ⁹ EN 13650:2001 Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements ¹⁵

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
		programma	
		- Referenties aanpassen	
CMA/2/IV/7	Ammonium- en nitraatstikstof	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Matrix vloeibaar met DS < 2%: WAC/III/E (ammonium) en WAC/III/C (nitraat) Revisie van de methode met hoofdzakelijk opname van de verschillende normmethoden + berekeningen toevoegen.	ISO 7150-1:1984 Water quality – Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method (CMA/2/I/B.4.1)²³ ISO 11732:2005 Water quality – Determination of ammonium nitrogen – Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection (CMA/2/I/B.4.2)²⁴ ISO 14911:1998 Water quality – Determination of dissolved Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ and Ba²⁺ using ion chromatography – Method for water and waste water²⁵ ISO/DIS 15923-1:2011 Water quality – Determinations of ions by a discrete analysis system and spectrophotometric detection – Part 1: Ammonium, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate, silicate and sulfaat (CMA/2/I/C.4)²⁶ ISO 5664: 1984 Water quality – Determination of ammonium- Distillation and titration method²⁷ ISO 10304-1:2007 Water quality - Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions - Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate (CMA/2/I/C.3) en ISO 10304-1:2007/Cor 1:2010²⁸ EN ISO 13395:1996 Water quality – Determination of nitrite nitrogen and nitrate

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
			nitrogen and the sum of both by flow analyses (CFA en FIA) and spectrometric detection (CMA/2/I/C.6) ²⁹ ISO 7890-3: 1988 Water quality – Determination of nitrate – Part 3: Spectrometric method using sulfosalicylic acid ³⁰
CMA/2/IV/10	Kiemkrachtige zaden	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2%	
CMA/2/IV/11	Gehalte aan steentjes en graad van verontreiniging	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Praktische tips/opmerkingen opnemen voor uitvoeren proef	Referentie opnemen na finalisatie FprCEN/TS 16202 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of impurities and stones ³¹
CMA/2/IV/12	Fytotoxiciteit	Toepassingsgebied beperken tot matrixtype groen- en GFT compost	
CMA/2/IV/13	Zuurtegraad en totaal zoutgeleidbaarheid	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Matrix vloeibaar met DS < 2%: verwijzen naar WAC/III/A/005 (pH) en WAC/III/A/006 (geleidbaarheid) CMA methode grondig reviseren pH CMA methode aanpassen cfr EN norm Geleidbaarheid Parameter 'Totaal zout' wijzigen in 'Elektrische geleidbaarheid'. Extractie zie CMA/2/IV/6 behouden Meting: verwijzen naar CMA/2/I/A.2 (of EN 13038:2011 – enkel in referentie op te nemen)	EN 13037:2011 Soil improvers and growing media - Determination of pH ² EN 15933:2012 Sludge, treated biowaste and soil – Determination of pH ¹ EN 13038:2011 Soil improvers and growing media - Determination of electrical conductivity ³² FprCEN/TS 15937 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of specific electrical conductivity ³³

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
CMA/2/IV/14	Totaal en extraheerbaar fosfor	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Matrix vloeibaar met DS < 2%: WAC/III/B Grondige revisie methode Parameter 'extraheerbaar P' schrappen Voorstel: Methode integreren in CMA/2/IV/19 indien titel wordt aangepast naar 'elementen', op termijn kan CMA/2/IV/14 geschrapt worden. Destructie: verwijzen naar CMA/2/IV/6 Meting: verwijzen naar koepelnorm CMA/2/I/B <i>Methoden voor de bepaling van elementen</i> mits aanvullen parameters P, K, Ca, Mg	CEN/TS 16188:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests - Flame atomic absorption spectrometry method (FAAS) ³⁴
CMA/2/IV/15	Totaal en extraheerbaar kalium	Zie CMA/2/IV/14	
CMA/2/IV/16	Totaal en extraheerbaar calcium	Zie CMA/2/IV/14	
CMA/2/IV/17	Totaal en extraheerbaar magnesium	Zie CMA/2/IV/14	
CMA/2/IV/18	Chloride	Methode schrappen.	
CMA/2/IV/19	Zware metalen Elementen	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% Matrix vloeibaar met DS < 2%: WAC/III/B Grondige revisie methode Destructie: verwijzen naar CMA/2/IV/6 Meting: verwijzen naar koepelnorm CMA/2/I/B <i>Methoden voor de bepaling van elementen</i>	CEN/TS 16188:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests - Flame atomic absorption spectrometry method (FAAS)³⁵ Opm.: enkel voor Cr, Co, Cu, Fe, Mn, Ni en Zn
CMA/2/IV/20	Kwik	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2%	

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
		Matrix vloeibaar met DS < 2%: verwijzen naar WAC/III/B Grondige revisie methode Destructie: verwijzen naar CMA/2/IV/6 Meting: verwijzen naar koepelnorm CMA/2/I/B <i>Methoden voor de bepaling van elementen en CMA/2/I/B.3.</i>	
CMA/2/IV/21	Fijnheid	Toepassingsgebied aanpassen beperken tot matrix compost.	
CMA/2/IV/22	Rijpheidgraad (zelfverhittingstest)	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor compost (groen-, GFT- en OBA-compost) en gedroogd digestaat (OBA mest) - Niet toepasbaar voor pasteuze en vloeibare digestaten CMA methode cfr EN 16087-2:2011	EN 16087-2:2011 Soil improvers and growing media - Determination of the aerobic biological activity - Part 2: Self heating test for compost ³⁶
CMA/2/IV/23	Plantenverdraagzaamheid	Methode schrappen.	
CMA/2/IV/24	Volumedichtheid	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% CMA methode behouden	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 ¹⁹
CMA/2/IV/25	Stabiliteit met gesloten respirometer	Toepassingsgebied aanpassen: - Toepasbaar voor vast pasteus en vloeibaar - Niet toepasbaar voor vloeibaar met DS < 2% CMA methode behouden mits aanvulling: bij opstart van de proef dient de pH bijgesteld te worden in de range van pH 7 à 7.5 om op het einde van de proef te eindigen tussen pH 5.8 en 8.2. Opnemen van praktische tips	
CMA/5/B.1	Monstervoorbehandeling	Aanvullen:	

CMA methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
		- Indeling matrixtypes aanpassen: - o Compost - o Vast en pasteus, andere dan compost - o Vloeibaar en waterig pasteus - o Vloeibaar met DS < 2% - Parameterlijsten +flowcharts actualiseren	

Tabel 21 Voorstel aanpassingen BAM- vaste en vloeibare dierlijke mest

BAM methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
DEEL 3 VLOEIBARE DIERLIJKE MEST			
BAM/deel 3/00	Toepassingsgebied	-	
BAM/deel 3/01	Bemonstering	Ontwerpmethode: verwijzing naar CMA/1/A.16 <i>Afvalstoffen – secundaire grondstoffen ; Monsternemingstechnieken vloeistoffen</i> en CMA/1/A.18 <i>Afvalstoffen – secundaire grondstoffen; monstervoorbehandeling ter plaatse</i> is opgenomen. Opm. Hoeveelheden in CMA nog aanpassen voor metingen volgens BAM.	
BAM/deel 3/02	Monstervoorbehandeling door homogeniseren	Bestaande BAM methode kan ook gebruikt worden voor de niet steekvaste pasteuze en vloeibare monsters. Verwijzing naar CMA/5/B.1 opnemen voor meer duiding. In methode beschrijven dat, afhankelijk van de gebruikte analysemethode, voor totale P een gedroogd monster moet voorzien worden, dit monster kan ook voor droge stof bepaling worden gebruikt.	NEN 7430:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door homogeniseren – Drijfmest ³⁷
BAM/deel 3/03	Droge stof gehalte	-	NEN 7432:1998 Dierlijke mest en mestproducten – Bepaling van de gehalten droge stof en organische stof – Gravimetrische methode ³⁸ EN 15934:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Calculation of dry matter by determination of dry residue or water content ¹⁸
BAM/deel 3/04	Totale fosfor	-	EN ISO 11885:2009 Waterkwaliteit - Bepaling van geselecteerde elementen met optische emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES) (ISO 11885:2007) ³⁹ EN 13650: 2001 Soil improvers and growing

BAM methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
			media - Extraction of aqua regia soluble elements ¹⁵ NEN 7435:1998 2de ontwerp Dierlijke mest en mesproducten – Bepaling van het gehalte aan fosfor in destruat ⁴⁰
BAM/deel 3/05	Ammoniumstikstof	Discrete analyser: referentie updaten + randvoorwaarden beschrijven (cfr CMA/WCA)	EN ISO 11732:2005 Waterkwaliteit - Bepaling van ammoniakale stikstof door stroomanalyse (CFA en FIA) en spectrometrische detectie (ISO 11732:2005) ²⁴ ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method ²³ ISO/DIS 15923-1:2011 Water quality – Determinations of ions by a discrete analysis system and spectrophotometric detection – Part 1: Ammonium, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate, silicate and sulfaat ²⁶
BAM/deel 3/06	Totale stikstof	Kruisverwijzing naar CMA. Aanpassing van BAM methode– zie schema Figuur 6	NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof ⁴¹ (mits enkele wijzigingen)
BAM/deel 3/20	Rapportering	Eenheden: uniformisatie BAM/CMA nodig? Is gerelateerd aan wetgeving	
DEEL 4 VASTE DIERLIJKE MEST			
BAM/deel 4/00	Toepassingsgebied	-	
BAM/deel 4/01	Bemonstering	Ontwerpmethode: Voor de bemonstering van vaste (en pasteuze) digestaten en compost afkomstig van de (co)bewerking of (co)verwerking van dierlijke mest wordt verwezen naar CMA/1/A.15 <i>Afvalstoffen – secundaire grondstoffen ; Monsternemingstechnieken vaste materialen</i> , CMA/1/A.17 <i>Afvalstoffen – secundaire grondstoffen ; Monsternemingstechnieken vloeibare</i>	

BAM methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
		<i>pasteuze materialen en CMA/1/A.18 Afvalstoffen – secundaire grondstoffen; monstervoorbehandeling ter plaatse</i> Opm. Hoeveelheden in CMA nog aanpassen voor metingen volgens BAM.	
BAM/deel 4/02	Monstervoorbehandeling door mengen, drogen en malen – stapelbare mest	Bestaande BAM methode kan ook gebruikt worden voor de steekvaste pasteuze en vaste monsters. Verwijzing naar CMA/5/B.1 opnemen voor meer duiding. In methode beschrijven dat voor totale P een gedroogd monster moet voorzien worden, dit monster kan ook voor droge stof bepaling worden gebruikt.	NEN 7431:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door mengen, drogen en malen - Stapelbare mest ⁴²
BAM/deel 4/03	Droge stof gehalte	-	NEN 7432:1998 Dierlijke mest en mestproducten – Bepaling van de gehalten aan droge stof en organische stof – Gravimetrische methode ⁴³ EN 15934:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Calculation of dry matter by determination of dry residue or water content ¹⁸
BAM/deel 4/04	Totale fosfor	-	EN ISO 11885:2009 Waterkwaliteit - Bepaling van geselecteerde elementen met optische emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES) (ISO 11885:2007) ³⁹ EN 13650: 2001 Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements ¹⁵
BAM/deel 4/05	Ammoniumstikstof	Discrete analyser: referentie updaten + randvoorwaarden beschrijven (cfr CMA/WCA)	EN ISO 11732:2005 Waterkwaliteit - Bepaling van ammoniakale stikstof door stroomanalyse (CFA en FIA) en spectrometrische detectie (ISO 11732:2005) ²⁴ ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric

BAM methode	Parameter	Aanpassing	Referentie
			method ²³ ISO/DIS 15923-1:2011 Water quality – Determinations of ions by a discrete analysis system and spectrophotometric detection – Part 1: Ammonium, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate, silicate and sulfaat ²⁶
BAM/deel 4/06	Totale stikstof	Kruisverwijzing naar CMA. Aanpassing van BAM methode– zie schema Figuur 6	NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof ⁴¹ (mits enkele wijzigingen)
BAM/deel 4/20	Rapportering	Eenheden: uniformisatie BAM/CMA nodig? Is gerelateerd aan wetgeving	

HOOFDSTUK 8. BESLUIT

Voor de bepaling van verschillende parameters in compost en in diverse eindproducten van de biologische behandeling van organisch-biologische afvalstoffen zijn methoden beschreven in het CMA (Compendium voor monsterneming en analyse in uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemsaneringsdecreet, OVAM) en het BAM (Bemonsterings- en analysemethoden voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het Mestdecreet, VLM). Om harmonisatie tussen het BAM en het CMA uit te voeren en maximaal in te spelen op bestaande Europese normmethoden werden in het werkjaar 2011 en 2012 diverse analysemethoden geëvalueerd en in de praktijk getoetst om tot uniforme en éénduidige methoden te komen voor de diverse matrices.

De bekomen resultaten werden in eerste instantie besproken tijdens een overlegvergadering met VLACO, OVAM, VLM en VITO, waar de uiteindelijke methodieken in consensus werden vastgelegd. Vervolgens werden de onderzoeksresultaten en de aangepaste compendiummethoden toegelicht en besproken met de erkende laboratoria (zowel voor OVAM als voor VLM) tijdens de werkgroepvergadering Bodemverbeterende middelen van 2/10/2012. De onderzoeksresultaten van het werkjaar 2011 zijn beschreven in het VITO rapport 2012/MANT/R/05³. De onderzoeksresultaten van het werkjaar 2012 en een beschrijving van de aanpassingen aan de CMA en BAM methoden zijn gebundeld in dit rapport.

Wat betreft CMA, dient voor alle CMA methoden (matrix: Meststof-Bodemverbeterende middelen) het toepassingsgebied aangepast te worden met een duidelijke omschrijving van de matrixtypes (vast/pasteus/vloeibaar met DS kleiner of groter dan 2%/compost). Verder zijn de belangrijkste wijzigingen opgenomen in het CMA:

- Vloeibare monsters met een droge stofgehalte < 2% dienen geanalyseerd te worden als matrix afvalwater. Voor de bepaling van de relevante parameters wordt verwezen naar het WAC (Compendium voor monsterneming, meting en analyse van water).
- Bepaling van pH (CMA/2/IV/13): de extractie van het monster is gewijzigd en aangepast aan de Europese normmethode (EN 15933:2012¹ en EN 13037:2011²): extractie van minimaal 20 ml monster met water in 1:5 verhouding (volume fracties), 1 uur mechanisch schudden, 1 à 3 stabilisatie, pH meting van de bovenstaande vloeistof.
- Bepaling van ammonium en totaal N:
 - o matrixtype compost: geen wijzigingen aan uitvoering van de methodiek t.o.v. huidige CMA:
 - ammonium wordt bepaald op het verse monster na extractie in water (CMA/2/IV/6 en CMA/2/IV/7)
 - totaal N wordt bepaald op het monster gedroogd bij 70°C en verijnd tot < 1 mm (CMA/5/B.1 en CMA/2/IV/4).
 - o matrixtype vast/pasteus-steekvast:
 - monsters dienen voorafgaandelijk aan de analyse gedroogd te worden met wijnsteen zuur en verijnd tot < 1 mm (cfr BAM/deel 4/02).
 - ammonium wordt bepaald in een 1M KCl extract (cfr BAM/deel 4/05)
 - totaal N wordt bepaald met de Dumas methode of de gewijzigde Kjeldahl-N methode
 - o matrixtype vloeibaar DS > 2%/waterig pasteus

- ammonium: verdunnen 1:100 met water, filtratie en meting van ammonium (cfr BAM/deel 3/05)
- totaal N: analyse van vers monster met toepassing van gewijzigde Kj-N methode

Wat betreft BAM, zijn de relevante parameters beperkt tot ammonium, totaal N en totaal fosfor. Voor de analyse van ruwe vaste en vloeibare dierlijke mest blijven de methoden beschreven in het BAM van toepassing. Voor andere mestproducten dan verse mest zal in de verschillende BAM methoden, inclusief deze van monstervoorbehandeling, worden verwezen naar de overeenkomstige methoden beschreven in CMA.

LITERATUURLIJST

-
- ¹ EN 15933:2012 Sludge, treated biowaste and soil – Determination of pH.
- ² EN 13037:2011 Soil improvers and growing media – Determination of pH
- ³ C. Vanhoof en K. Tirez, *Evaluatie analysemethoden voor de bepaling van anorganische parameters in digestaten*, VITO rapport 2012/MANT/R/05, februari 2012, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/Rapport_2011_digestaten_finaal.pdf
- ⁴ Bemonsterings- en analysemethodes voor mest, bodem en veevoeder in het kader van het mestdecreet (BAM), VLM, <http://www.emis.vito.be/referentielabo-vlm>.
- ⁵ Compendium voor monsterneming en analyse (CMA) in uitvoering van het afvalstoffendecreet en het bodemsaneringsdecreet, OVAM, <http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>.
- ⁶ Besluit van de Vlaamse Regering van 19 november 2010 tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu (VLAREL).
- ⁷ Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (WAC), LNE, <http://www.emis.vito.be/lne-erkenningen-water>.
- ⁸ CEN/TS 16177:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Extraction for the determination of extractable ammonia, nitrate and nitrite.
- ⁹ EN 13652:2001 Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble nutrients and elements.
- ¹⁰ EN 13654-1:2001: Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1: Modified Kjeldahl method.
- ¹¹ EN 13654-2: 2001: Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 2: Dumas method.
- ¹² EN 16168:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of total nitrogen using dry combustion method.
- ¹³ EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen.
- ¹⁴ ISO 11905-1:1997 Water quality – Determination of nitrogen – Part 1: Method using oxidative digestion with peroxodisulfate.
- ¹⁵ EN 13650 Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements.
- ¹⁶ EN 16174:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Digestion of aqua regia soluble fractions of elements.

- ¹⁷ C. Vanhoof, A. Cluyts, K. Duyssens, E. Poelmans, Wendy Wouters en K. Tirez, *Houdbaarheid van N parameters en destructie van P in mestmonsters*, VITO rapport 2011/MANT/R/70, september 2011,
https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/rapport_mest_N_en_P_2011.pdf
- ¹⁸ EN 15934:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Calculation of dry matter by determination of dry residue or water content.
- ¹⁹ 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.
- ²⁰ EN 15935:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste - Determination of loss on ignition.
- ²¹ EN 13039:2011 Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash.
- ²² EN 13342:2000 Characterization of sludges - Determination of Kjeldahl nitrogen.
- ²³ ISO 7150-1:1984 Water quality – Determination of ammonium – Part 1: Manual spectrometric method.
- ²⁴ ISO 11732:2005 Water quality – Determination of ammonium nitrogen – Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection.
- ²⁵ ISO 14911:1998 Water quality – Determination of dissolved Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ and Ba²⁺ using ion chromatography – Method for water and waste water.
- ²⁶ ISO/DIS 15923-1:2011 Water quality – Determinations of ions by a discrete analysis system and spectrophotometric detection – Part 1: Ammonium, chloride, nitrate, nitrite, orthophosphate, silicate and sulfaat.
- ²⁷ ISO 5664: 1984 Water quality – Determination of ammonium- Distillation and titration method.
- ²⁸ ISO 10304-1:2007 Water quality - Determination of dissolved anions by liquid chromatography of ions - Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate and sulfate.
- ²⁹ EN ISO 13395:1996 Water quality – Determination of nitrite nitrogen and nitrate nitrogen and the sum of both by flow analyses (CFA en FIA) and spectrometric detection.
- ³⁰ ISO 7890-3: 1988 Water quality – Determination of nitrate – Part 3: Spectrometric method using sulfosalicylic acid.
- ³¹ FprCEN/TS 16202 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of impurities and stones.
- ³² EN 13037:2011 Soil improvers and growing media - Determination of electrical conductivity.

- ³³ FprCEN/TS 15937 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of specific electrical conductivity.
- ³⁴ CEN/TS 16188:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests - Flame atomic absorption spectrometry method (FAAS).
- ³⁵ CEN/TS 16188:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of elements in aqua regia and nitric acid digests - Flame atomic absorption spectrometry method (FAAS).
- ³⁶ EN 16087-2:2011 Soil improvers and growing media - Determination of the aerobic biological activity - Part 2: Self heating test for compost.
- ³⁷ NEN 7430:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door homogeniseren – Drijfmest.
- ³⁸ NEN 7432:1998 Dierlijke mest en mestproducten – Bepaling van de gehalten droge stof en organische stof – Gravimetrische methode.
- ³⁹ EN ISO 11885:2009 Waterkwaliteit - Bepaling van geselecteerde elementen met optische emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES) (ISO 11885:2007).
- ⁴⁰ NEN 7435:1998 2de ontwerp Dierlijke mest en mestproducten – Bepaling van het gehalte aan fosfor in destrukaten.
- ⁴¹ NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof.
- ⁴² NEN 7431:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door mengen, drogen en malen - Stapelbare mest.
- ⁴³ NEN 7432:1998 Dierlijke mest en mestproducten – Bepaling van de gehalten aan droge stof en organische stof – Gravimetrische methode.