

DROOGREST

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

De droogrest bepaling uitgevoerd op ongefiltreerd (afval)water laat toe, de totale hoeveelheid aan opgeloste en onopgeloste bestanddelen aanwezig in het watermonster, voor zover deze niet vluchtig zijn bij de aangewende werkomstandigheden, te bepalen.

De droogrest bepaling uitgevoerd op gefiltreerd (afval)water laat toe de totale hoeveelheid, niet gesuspendeerde bestanddelen te bepalen. De droogrest gaat over het algemeen de bepaling van de asrest vooraf (zie Asrest, CMA/2/I/A.4).

De beschreven methode is geschikt voor de bepaling van opgeloste stoffen in drink-, oppervlakte- en zoutwater; alsook voor huishoudelijk en industrieel afvalwater.

2 PRINCIPE

De totale hoeveelheid opgeloste bestanddelen aanwezig in een afvalwater wordt berekend uit het residu dat bekomen wordt na verdamping en achtereenvolgend drogen (bij 105°C) van een (gefiltreerd) watermonster. Een gekend volume van een goed gehomogeniseerd watermonster wordt ingedampt in een vooraf gewogen porseleinen kroes en gedroogd tot constant gewicht in een oven bij 103-105°C. De gewichtstoename is een maat voor het totale gehalte opgeloste bestanddelen. Dit betreft zowel organische als anorganische componenten in zoverre deze niet vluchtig zijn bij de gekozen droogtemperatuur. De totale (filtraat) droogrest is afhankelijk van het gebruikte volume ongefiltreerd (gefiltreerd) watermonster en wordt uitgedrukt in mg/l.

3 BELANGRIJKE OPMERKINGEN

- Het residu bekomen na drogen bij 105°C kan nog kristalwater en geocludeerd water bevatten.
- Voor residu's met een hoog olie- of vetgehalte worden twijfelachtige resultaten bekomen door de moeilijkheid om te drogen tot constant gewicht binnen een aanvaardbare tijd.
- Het gebruikte filtermateriaal, de poriëngrootte, de porositeit, het oppervlak, de deeltjesgrootte en de hoeveelheid van het afgezet materiaal op de filter zijn belangrijke factoren die de scheiding tussen de gesuspendeerde en opgeloste stoffen beïnvloeden.
- Residu achterblijvend na droogrest bepaling van sterk mineraalhoudend water (met een hoog gehalte aan calcium, magnesium, chloriden en sulfaat) is sterk hygroscopisch en vereist langdurig drogen, afkoeling in een exsiccator en snelle weging.
- Fouten kunnen geïntroduceerd worden door de kroesjes onvoldoende af te koelen vóór de meting.
- De weging dient onmiddellijk na afkoeling van het monster in de exsiccator te gebeuren om te vermijden dat opnieuw vocht wordt opgenomen.
- Het verplaatsen van de uitgegloeide en gedroogde kroesjes moet steeds met een tang gebeuren (contact met de huid vermijden).

4 MONSTERBEHANDELING

Het (afval)watermonster moet zo snel mogelijk na monsternamen geanalyseerd worden teneinde veranderingen tijdens het transport en de eventuele bewaring tot een minimum te beperken.

Het watermonster dient bewaard te worden bij 4°C vóór de analyse om microbiologische decompositie te minimaliseren.

5 APPARATUUR

- Porseleinen kroesjes : 100 ml
- Analytische balans nauwkeurig tot op 0,1 mg
- Moffeloven instelbaar op 800°C
- Droogstoof instelbaar op (105 ± 2)°C
- Exsiccator met silicagel
- Volpipetten : 10, 20, 50 ml
- Membraanfilter : (0,45 µm ; doormeter 50 mm)
- Filtreersysteem

6 ANALYSEPROCEDURE

Alvorens de analyse te starten worden de porseleinen kroesjes gedurende 30 min. uitgedroogd op ± 800°C in de moffeloven. Na afkoelen in de oven, laat men de kroesjes tot op kamertemperatuur verder afkoelen in een exsiccator. Onmiddellijk vóór de gebruikname worden de kroesjes, tot op 0,1 mg nauwkeurig, afgewogen.

Het watermonster wordt gefiltreerd op een membraanfilter met een poriëngrootte van 0,45 µm.

Een gekend volume, gehomogeniseerd monster wordt in een vooraf gewogen kroes gebracht en ingedampt in een droogoven bij 105°C. Indien een droogmassa kleiner dan 20 mg achterblijft, wordt een bijkomende hoeveelheid monster toegevoegd aan de bekomen droogrest. Het ingedampte monster wordt verder gedroogd gedurende (minstens) 1 uur bij 103-105°C. De kroes wordt afgekoeld in een exsiccator tot kamertemperatuur en aansluitend gewogen. Het droogproces wordt herhaald tot een droogrest wordt bekomen met een massa die niet meer dan 0,5 mg afwijkt van de voorgaande weging. Indien na een 3^e droogproces (telkens gedurende 0,5 uur) nog steeds geen constant gewicht bekomen is, wordt het laatst bekomen gewicht in aanmerking genomen (met vermelding ervan op het analyseverslag).

7 BEREKENINGEN

De droogrest bij 105°C, uitgedrukt in mg/l, wordt berekend aan de hand van de volgende formule:

$$\text{droogrest}_{105^{\circ}\text{C}} = \frac{m}{v} \times 1000 \quad (\text{mg/l})$$

met

m = de massa in mg van de rest in het kroesje (droogrest of verdampingsrest) na drogen

V = het volume in ml van het proefmonster (gefiltreerd of ongefiltreerd)

Wanneer de resultaten voor eenzelfde monster onderling niet meer dan 10 % verschillen, worden ze als overeenstemmend beschouwd.

8 REFERENTIE

- Bestimmung des Gesamttrockenrückstandes, des Filtrattrockenrückstandes, DIN 38409/H1, 1987, Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1991