

Droogrest in water en eluaten

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/1/A.3 van **juli 2005**.

De totale hoeveelheid aan opgeloste en onopgeloste bestanddelen (TS-total solids), voor zover deze niet vluchtig zijn bij de aangewende werkomstandigheden, omvat de droogrest bepaling uitgevoerd op ongefiltreerd (afval)water.

De totale hoeveelheid opgeloste bestanddelen (TDS-total dissolved solids), voor zover deze niet vluchtig zijn bij de aangewende werkomstandigheden, omvat de droogrest bepaling uitgevoerd op gefiltreerd (afval)water en eluaten.

De droogrest gaat over het algemeen de bepaling van de asrest vooraf (zie Asrest, CMA/2/1/A.4).

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

2 PRINCIPE

De droogrest van (afval)water en eluaten wordt berekend uit het residu dat bekomen wordt na verdamping en achtereenvolgend drogen (bij 105°C) van een al dan niet 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 105°C. De gewichtstoename is een maat voor het totaal gehalte aan opgeloste en onopgeloste stoffen in ongefiltreerd (afval)water, en een maat voor het totale gehalte opgeloste bestanddelen in gefiltreerd (afval)water en eluaten. Dit betreft zowel organische als anorganische componenten in zoverre deze niet vluchtig zijn bij de gekozen droogtemperatuur. De TS (TDS) is afhankelijk van het gebruikte volume ongefiltreerd (gefiltreerd) watermonster en wordt uitgedrukt in mg/l.

3 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 onopgeloste 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 hygroscoopisch 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 (binnen 24 uur) na monstername geanalyseerd worden teneinde veranderingen tijdens het transport en de eventuele bewaring tot een minimum te beperken.

Het watermonster dient bewaard te worden bij 1 à 5°C vóór de analyse om microbiologische decompositie te minimaliseren.

5 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 5.1 porseleinen kroesjes of geschikt weegrecipiënt: 100 ml
- 5.2 analytische balans nauwkeurig tot op 0,1 mg
- 5.3 moffeloven instelbaar op 800°C
- 5.4 droogstoof instelbaar op (105 ± 5)°C
- 5.5 exsiccator met droogmiddel zoals silicagel
- 5.6 volpipetten: 10, 20, 50 ml
- 5.7 membraanfilter: (0,45 µm ; doormeter 50 mm)
- 5.8 filtreersysteem

6 ANALYSEPROCEDURE

6.1 TOTAAL OPGELOSTE BESTANDELEN (TDS)

Het (afval)watermonster wordt gefiltreerd op een membraanfilter met een poriëngrootte van 0,45µm of werd reeds voorafgaandelijk gefiltreerd zoals bij eluaten. Volg de procedure zoals beschreven in paragraaf 6.3.

6.2 TOTAAL OPGELOSTE EN ONOPGELOSTE BESTANDELEN (TS)

Het (afval)watermonster wordt als dusdanig in behandeling genomen. Volg de procedure zoals beschreven in paragraaf 6.3.

6.3 PROCEDURE

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 ingebruikname worden de kroesjes, tot op 0,1 mg nauwkeurig, afgewogen.

Een gekend volume met volpipet, gehomogeniseerd monster wordt in een vooraf gewogen kroes gebracht en ingedampt in een droogoven bij (105 ± 5)°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 (105 ± 5)°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).

Opmerking: Indien de monsters overnacht (minstens 14 uur) worden gedroogd, mag aangenomen worden dat het drogen volledig is. Voor deze monsters is de controle van het drogen tot constant gewicht niet nodig.

7 BEREKENINGEN

De droogrest bij $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$, 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)

De droogrest (in mg/l) is de TDS waarde voor gefiltreerde watermonsters en eluaten en de TS waarde voor ongefiltreerde watermonsters.

8 CONTROLE

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

9 REFERENTIE

- EN 15216:2007 Characterization of waste - Determination of total dissolved solids (TDS) in water and eluates.
- ISO 5667-3:2003 Water quality – Sampling – Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples.