

Opmerkingen:

- De procedure is enkel bruikbaar voor temperaturen lager dan 120 °C, wegens de invloed van de uitzetting van de lucht in het ontsluitingsrecipiënt.
- Vermogengecontroleerde microgolfenergie doet de ontsluitingstemperatuur stijgen boven kamertemperatuur. Hierdoor is de temperatuurscalibratie enkel geldig voor de kamertemperatuur tijdens de calibratie. Indien de kamertemperatuur tijdens de ontsluitingen verschilt, zal de actuele temperatuur $T_{a,monster} - T_{a,cal}$ hoger zijn dan berekend. Controleer dan of de ontsluitingscondities nog binnen het gebied in grafiek 1 vallen.

BIJLAGE D

ONTSLUITING IN EEN GESLOTEN SYSTEEM MET AUTOCLAAF

D.1 Principe

Een watermonster, met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050), wordt ontsloten door met salpeterzuur te verwarmen in een microgolfoven. De minimale ontsluitingstemperatuur is het kookpunt van de oplossing (103 °C bij 101,3 kPa) en de maximale temperatuur is 175°C. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun bijbehorende temperaturen.

D.2 Apparatuur

- D.2.1 Ontsluitingsrecipiënt, gemaakt van een inert materiaal (bijvoorbeeld PTFE of kwarts) en met een nominaal volume van 100 ml
- D.2.2 Autoclaaf, drukkinstelbaar zodat er in het temperatuursgebied van 103 °C tot 175 °C gewerkt kan worden
- D.2.3 Maatkolven van 50 of 100 ml

D.3 Procedure

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

Breng ongeveer nauwkeurig 40,0 ml ± 0,2 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij 10,0 ml ± 0,2 ml salpeterzuur (5.1.3).

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (5.1.4) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Sluit het ontsluitingsrecipiënt en weeg het, en plaats het in de autoclaaf.

Stel de druk in tot op de waarde gelijk aan de gasdruk van water bij de ontsluitingstemperatuur T_d .

De ontsluitingstijd Δt is minstens 10 min en maximaal 480 min. Zie tabel 1 en grafiek 1 voor de ontsluitingstijden en hun respectievelijke minimum en maximum ontsluitings-temperaturen. Kies de ontsluitingstijden en –temperaturen zodanig dat er steeds binnen het grijs gekleurde gebied van grafiek 1 gewerkt wordt.

Laat na de ontsluiting het recipiënt afkoelen, en weeg het vervolgens opnieuw.

Indien het massaverlies bij dit monster minder is dan het massaverlies van een referentiestandaard die nog goede resultaten gaf, kan er worden verder gewerkt met dit monster.

Breng het ontsloten monster kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.

Leng aan tot de maatstreep.

Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.