

Bepaling van vaste stoffen in suspensie. Methode door filtratie op glasvezelfilter

1 TOEPASSINGSGBIED

Deze methode beschrijft de bepaling van vaste stoffen in suspensie in water door filtratie met een glasvezelfilter. De methode is toepasbaar vanaf 2 mg/l.

In de Engelse versie van EN 872:2005 wordt de term 'suspended solids' gehanteerd; in de Nederlandse vertaling van deze norm (titelblad) wordt dit gelijk gesteld aan de term 'zwevende stoffen'. In dit document wordt de term 'vaste stoffen in suspensie' gehanteerd (conform EN 872) waaronder de som van zwevende en bezinkbare stoffen wordt verstaan. Het resultaat mag als 'vaste stof in suspensie' of 'zwevend stof' worden gerapporteerd.

2 PRINCIPE

Een gekende hoeveelheid water wordt gefiltreerd over een glasvezelfilter met toepassing van onder- of overdruk. Na filtratie wordt de filter gewassen om oplosbare bestanddelen te verwijderen. Vervolgens wordt gedroogd bij 105°C en wordt de hoeveelheid droog residu gewogen. Het bekomen resultaat wordt uitgedrukt in mg/l.

3 OPMERKINGEN

- Voor de conservering en bewaring van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- De bekomen resultaten zijn afhankelijk van het type filter dat wordt gebruikt. Het is dan ook van belang om steeds hetzelfde type filter te gebruiken. Het wordt ook aangeraden om het type filter waarmee de bepaling werd uitgevoerd samen met het resultaat te rapporteren. Er is geen correlatie tussen resultaten bekomen met verschillende types filters aangezien de deeltjesgrootte distributie heel sterk kan variëren naargelang het monster.
- Indien het gehalte opgeloste stoffen hoger is dan 1 g/l moet de filter vlak voor gebruik bevochtigd worden met water om diffusie van zouten in de filterrand te vermijden. Er dient dan ook extra gespoeld te worden. Deze werkwijze voor zoutbelaste monsters vraagt weinig extra werk en wordt daarom altijd uitgevoerd indien de zoutbelasting onbekend is. De praktische werkwijze wordt in punt 6 beschreven.
- Monsters worden beschouwd als zoutbelaste monsters, indien de geleidbaarheid bij 25°C hoger is dan 1,7 mS/cm.
- Drijvende olie en andere onvermengbare organische vloeistoffen zullen interfereren.
- Slakjes, wormpjes, vliegjes,... kunnen verwijderd worden door zeven over 2 mm. De aanwezigheid ervan en het eventuele zeven dient te worden vermeld op het analyseverslag.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

- 4.1.1 Toestel voor vacuüm- of overdrukfiltratie met een geschikte houder voor de gebruikte filters.
- 4.1.2 Droogstoof op $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$
- 4.1.3 Balans met een nauwkeurigheid van minstens 0,1 mg.

4.2 MATERIAAL

- 4.2.1 Glasvezelfilters geschikt voor de bepaling van vaste stoffen in suspensie (filterdensiteit = $50 - 100 \text{ g/m}^2$).
- 4.2.2 Horlogeglasjes om de filters te ondersteunen in de droogstoof.

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

5.1 REAGENTIA

- 5.1.1 Ultra puur water: (elektrische geleidbaarheid kleiner dan $0,1 \text{ mS m}^{-1}$, equivalent met een weerstand groter dan $0,01 \text{ M}\Omega \text{ m}$ bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een water zuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}^{-1}$ (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}^{-1}$).

5.2 OPLOSSINGEN

- 5.2.1 Cellulose standaardoplossing, 500 mg/l microkristallijne cellulose gebruikt voor dunnelaag chromatografie of gelijkgestelde kwaliteit.
Droog de cellulose bij 105°C . Weeg 0,500 g af en breng over in 1 liter met ultra puur water. Schud goed voor gebruik. Deze oplossing is minstens 3 maanden houdbaar
- 5.2.2 Cellulose controle-oplossing, 50 mg/l
Schud de standaardoplossing (5.2.1). Breng in één vloeiende beweging 100 ml van deze oplossing in een 1 liter kolf en leng aan. De oplossing direct voor gebruik vers aanmaken.

Opmerking: Kaoline kan ook voor de aanmaak van een standaard- en/of controle-oplossing worden gebruikt.

6 PROCEDURE

- Laat de monsters op kamertemperatuur komen.
- Laat de filters equilibreren in een desiccator en weeg ze tot op 0,1 mg nauwkeurig. Plaats de filter in de filterhouder. Bevochtig de filter alvorens de filterhouder te sluiten. Sluit het systeem aan voor toepassing van over- of onderdruk.

- Schud het monsterrecipiënt goed en breng in één vloeiende beweging een bepaald volume over in een maatcilinder. Lees het volume af. Als alternatief kan het gewicht bepaald worden en de bijhorende densiteit van het monster. Het monstervolume moet zodanig worden gekozen dat de hoeveelheid droog residu minimaal 2 mg bedraagt, met een maximum van 1 liter in zijn totaliteit. Het optimale werkgebied is 5 tot 50 mg droog residu.
- Filtreer het monster. Spoel de maatcilinder meerdere keren na met ultrapuur water en gebruik dit water als spoelwater voor de filter. Wacht tussen 2 spoelbeurten tot het water door de filter is gezogen of geperst.
- Indien het monster een hoog gehalte opgeloste stoffen bevat, moet extra gespoeld worden. Spoel de filter dan minstens 3 maal met 50 ml water. Dit wordt altijd uitgevoerd indien de zoutbelasting onbekend is.
- Na het beëindigen van de filtratie, wordt de filter overgebracht naar de droogstoof en gedurende minstens 1 à 2 uur gedroogd bij 105°C. Verwijder de filter vervolgens uit de droogstoof, laat hem equilibreren in een desiccator en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig.

7 KWALITEITSCONTROLE

- Voor iedere nieuwe doos of batch/lot filters, die in gebruik wordt genomen, wordt op 3 filters het massaverlies bepaald bij filtratie van 150 ml zuiver ultrapuur water. **Het massaverlies moet minder dan of gelijk zijn aan 0.017 mg/cm². Voor een filter diameter van 47 mm, komt dit overeen met een massaverlies minder dan of gelijk aan 0,3 mg.**
- Bepaal de terugvinding van de cellulose controle-oplossing (5.2.2). Filtreer hiervan 200 ml (zie paragraaf 6). Het rendement moet gelegen zijn tussen 90 % en 110 %. Opmerking: In EN572 wordt bij een referentiestandaard met een theoretische waarde van 50 mg/l een terugvindingsgraad tussen 90 % en 110 % vooropgesteld. Deze waarde kan als streefwaarde gehanteerd worden, gezien andere (normwaarde relevante) concentraties mogen gebruikt worden.

8 BEREKENING

De hoeveelheid gesuspendeerde vaste stoffen wordt als volgt berekend:

$$SS = \frac{1000 \times (b - a)}{V}$$

Met

SS	het gehalte vaste stoffen in suspensie, in mg/l
b	de massa van de filter na filtratie, in mg
a	de massa van de filter voor filtratie, in mg
V	het volume van het monster, in ml

Bij volumes kleiner dan 25 ml wordt de massa van het monster (in g) bepaald of het monster wordt verdund.

Beschouw 1 g als equivalent aan 1 ml of bepaal de densiteit van het monster.

De rapporteergrens is 2 mg/l.

9 REFERENTIES

- ISO 11923: 1997; Water Quality – Determination of suspended solids by filtration through glass-fibre filter
- NBN EN 872:2005 Water quality - Determination of suspended solids - Method by filtration through glass fibre filters