

Bepaling van de droogrest

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bepaling van de droogrest in water (bijvoorbeeld grond-, drink-, oppervlakte- en afvalwater).

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 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 water en eluaten.

~~De bepaling van de droogrest gaat over het algemeen de bepaling van de asrest vooraf (zie WAC/III/A/002).~~

2 PRINCIPE

De droogrest van een water en eluaten wordt berekend uit het residu dat bekomen wordt na verdamping en achtereenvolgend drogen (bij 105 ± 5)°C van een (gefiltreerd) watermonster. Een gekend volume van een goed gehomogeniseerd watermonster wordt ingedampt in een vooraf gewogen **recipiënt** en gedroogd tot constant gewicht in een oven bij (105 ± 5) °C. De gewichtstoename is een maat voor het totaal gehalte aan opgeloste en onopgeloste stoffen in ongefiltreerd water, en een maat voor het totale gehalte opgeloste bestanddelen in gefiltreerd water en eluaten. Dit betreft zowel organische als anorganische componenten in zoverre deze niet vluchtig zijn bij de gekozen droogtemperatuur. De droogrest is afhankelijk van het gebruikte volume gefiltreerd (of ongefiltreerd) watermonster en wordt uitgedrukt in mg/l.

3 OPMERKINGEN

- Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- 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 hygroscopisch en vereist langdurig drogen, afkoeling in exsiccator en snelle weging.
- Fouten kunnen geïntroduceerd worden door de **recipiënten** 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 **recipiënten** moet steeds met een tang gebeuren (contact met de huid vermijden).

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 APPARATUUR

- 4.1.1 Analytische balans met een nauwkeurigheid van 1 mg of beter
~~Moffeloven instelbaar op 800 °C~~
- 4.1.2 Droogstoof instelbaar op $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$
- 4.1.3 Filtreersysteem

4.2 MATERIAAL

- 4.2.1 Verdampingsschaal of kroes. Temperatuurbestendig recipiënt, bestand tegen 105°C . Geschikte materialen zijn glas, keramiek, porselein, aluminium en andere materialen die inert zijn voor de testportie.
- 4.2.2 Exsiccator met silicagel
- 4.2.3 Membraanfilters ($0,45\ \mu\text{m}$ poriegrootte)

5 PROCEDURE

5.1 TOTAAL OPGELOSTE BESTANDDELEN (TDS)

Het watermonster wordt gefiltreerd op een membraanfilter met een poriëngrootte van $0,45\ \mu\text{m}$ of werd reeds voorafgaandelijk gefiltreerd zoals bij eluaten. Volg de procedure zoals beschreven in paragraaf 5.3.

5.2 TOTAAL OPGELOSTE EN ONOPGELOSTE BESTANDDELEN (TS)

Het watermonster wordt als dusdanig in behandeling genomen. Volg de procedure zoals beschreven in paragraaf 5.3.

5.3 PROCEDURE DROOGREST

Droog het recipiënt bij $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ en weeg tot op 1 mg nauwkeurig na afkoelen tot omgevingstemperatuur in de exsiccator.

~~Alvorens de analyse te starten worden de porseleinen kroesjes gedurende 30 min. uitgegloeid op $\pm 800^{\circ}\text{C}$ in de moffeloven. Daarna worden ze in de droogoven op 105°C bewaard. Vóór gebruik 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, gehomogeniseerd monster wordt in een vooraf gewogen recipiënt gebracht en ingedampt in een droogoven bij $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$. Indien een droogmassa kleiner dan 20 mg achterblijft, wordt een bijkomende hoeveelheid monster toegevoegd aan de bekomen droogrest, met een maximum van 1 liter in zijn totaliteit. Het ingedampte monster wordt verder gedroogd gedurende (minstens) 1 uur bij $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$. Het recipiënt wordt afgekoeld in een exsiccator tot kamertemperatuur en aansluitend gewogen. Het droogproces wordt herhaald (30 min bij 105°C) tot een droogrest wordt bekomen met een massa die niet meer verschilt dan 0.5% van de vorige waarde of 2 mg, indien deze groter is. Indien na een 3^{de} droogproces (telkens gedurende 1 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.

6 BEREKENING

De droogrest bij $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$, uitgedrukt in mg/l, wordt als volgt berekend:

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

waarin :

- M = de massa in mg van de rest in het **recipiënt** (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.

7 KWALITEITSCONTROLE

Bij elke meetreeks wordt een controlemonster (bv. fleswater) geanalyseerd of een duplo analyse uitgevoerd.

8 REFERENTIES

- **NBN EN 15216:2008 Characterization of waste – Determination of total dissolved solids (TDS) in water and eluates**
- DIN 38409/H1 1987 Bestimmung des Gesamttrockenrückstandes, des Filtrattrockenrückstandes und des Glührückstandes