

TESTMETHODE: W-035
BEPALING: ONOPLOSBARE BESTANDDELEN (total solid)
NORM: Intern

Inleiding

Het gehalte onoplosbare delen wordt gebruikt om vast te stellen hoeveel vulstoffen een eindproduct bevat. Bij vulstoffen kan gedacht worden aan o.a. grafiet, MoS₂ en mineralen.

In dit geval bepalen we de hoeveelheid materie die overblijft, als we het te controleren monster oplossen in 4 molair zoutzuur.

Benodigdheden:

- 2 platbodempokken van 250 ml
- Kookkraaltjes
- 2 bolkoelers
- 2 kookplaatjes
- Afzuigfles met terugslagvat
- Waterstraalluchtpomp
- Glasvezelfilter Whatman GF/A, Ø 47mm, 1.7µm
- Analytische balans (0.0001 g)
- Zoutzuur, 4 M
- Methanol
- Stoof, 100 °C

Werkwijze:

1. Afhankelijk van het verwachte percentage onoplosbare bestanddelen moet zoveel monster ingewogen worden, zodat er minimaal ca 0.05 g materiaal op het filter achterblijft. (Maximale inweeg is 7 gram.)
2. Weeg het monster nauwkeurig af in een platbodempok.
3. Weeg 3 kleine kookkraaltjes nauwkeurig af in dezelfde platbodempok.
4. Vul de platbodempok met ongeveer 170 ml 4M zoutzuur.
5. Los het monster op in het zoutzuur door het geheel zachtjes te laten koken onder de bolkoeler. Controleer regelmatig of de kraan van de koelers wel blijft lopen. Schud zo nu en dan het materiaal van de kant af.
6. Weeg het glasfilter nauwkeurig.
7. Als alles is opgelost wordt de oplossing afgefilterd over het glasfilter. Dit gebeurt m.b.v. een waterstraalluchtpomp. Tussen de afzuigfles en de pomp moet een terugslagfles geplaatst zijn.
8. Bevochtig alvorens het affiltreren eerst het glasfilter met methanol.
9. Spoel de platbodempok en de filterhouder minimaal 2 keer na met methanol.
10. Droog het filter met het residu en de kookkraaltjes samen met de platbodempok 10 minuten in een stoof van 100 °C.
11. Weeg het filter met residu en kookkraaltjes terug op de balans.
12. Voer deze test uit in duplo.

Berekening:

$$X = \frac{a - b - c}{d} * 100\%$$

Waarin:

X = Percentage aan onoplosbare bestanddelen in het monster (%)

A = Gewicht van het filter + residu + kookkraaltjes (g)

B = Gewicht van het filter (g)

C = Gewicht van de kookkraaltjes (g)

D = Hoeveelheid ingewogen monster (g)

Afval:

- Het afval moet worden opgevangen in vacuüm bestendige afzuigfles. Deze wordt geleegd in het afvalvat met zwavelzuur / zoutzuur / nylon mengsel.

Veiligheid:

- Raadpleeg eerst de “vergunning chemische stof” van de te gebruiken stoffen. Werk zoveel mogelijk in de zuurkast en zorg dat de juiste kleding en beschermingsmiddelen worden gebruikt. (Handschoenen!)
- Zorg ervoor dat de afzuigflessen een beschermmantel hebben!

