

## SEDIMENTGEHALTE

### 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

De beschreven methode laat de bepaling toe van het sediment gehalte in afvalolie, door extractie met tolueen. Afvalolie komt in aanmerking als vervangbrandstof indien het sediment gehalte lager is dan 0,5 %

### 2 PRINCIPE

Een representatief deelmonster van de olie wordt in een poreus kroesje gebracht en geëxtraheerd met tolueen tot het residu een constante massa bereikt. De residumassa, berekend als percentage, wordt gerapporteerd als sediment door extractie.

### 3 BELANGRIJKE OPMERKINGEN

Bij de aanwezigheid van hoge waterconcentraties wordt een wateropvangkopje onder de koelvinger geplaatst.

Hierdoor wordt elk spoortje water als zijn tolueen-azeetroop in het waterkopje opgevangen, waar het water zich weer afscheidt als de onderste laag. De tolueenlaag loopt over in het kroesje.

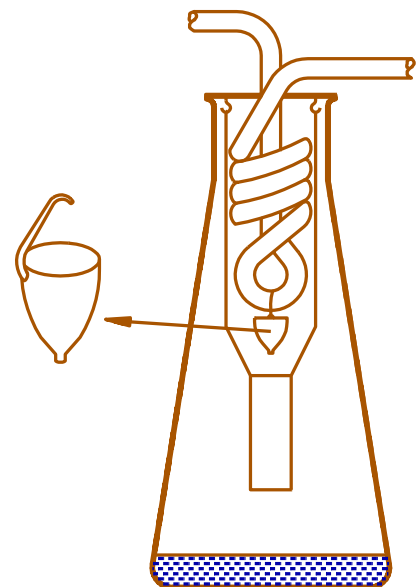
Wanneer het waterkopje vol water komt te staan, moet men het apparaat laten afkoelen en het waterkopje ledigen.

### 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

Extractieapparaat bestaande uit :

- Extractie recipiënt : 1 liter erlenmeyer met brede hals
- Condenser : metalen koeling die de erlenmeyer afsluit en tevens de mogelijkheid biedt het waterkopje en het kroesje op te hangen
- Kroeshouder uit niet corroderend metaal
- Glazen waterkopje (konisch, 20 mm diameter, 25 mm diepte, 3 ml inhoud)
- Extractie kroes : refractair poreus kroesje (poriegrootte : P15, diameter 25 mm, hoogte : 70 mm)

Droogstoof op 115°C  
Verwarmplaat



figuur 1 : Extractie toestel voor de bepaling van het sediment gehalte

## 5 REAGENTIA

Zuivere toluen

## 6 ANALYSEPROCEDURE

### 6.1 Reiniging van de extractiekroes

Gebruik voor het uitvoeren van referentiewerk steeds een nieuwe extractiekroes. Voor de ingebruikname van een nieuwe kroes wordt het (uitwendig) oppervlak ervan glad geschuurd en gedurende minstens 1 uur een extractie met toluen erin uitgevoerd. De kroes wordt vervolgens gedroogd bij 115 - 120°C gedurende 1 uur; afgekoeld in een desiccator (zonder droogmiddel) en gewogen (tot op 0,1 mg). Deze reinigingsextractie wordt herhaald totdat het gewicht van de kroes, na 2 opeenvolgende extracties, niet meer dan 0,2 mg verschilt.

Voor routine analyses, kunnen de extractiekroezen hergebruikt worden. Hiertoe wordt de kroes tot gloeien verhit (in elektrische moffeloven) om het verbrandbare gedeelte van het aanwezige sediment te verwijderen. Nadien wordt in de kroes een extractie met toluen uitgevoerd vooraleer met een bepaling te starten.

### 6.2 Extractie met toluen

Ongeveer 10 g olie wordt in de poreuze kroes afgewogen (tot op 0,1 mg). Een bodem toluen wordt in het extractieapparaat gebracht, het kroesje en het waterkopje worden in het apparaat gehangen. Nadat het solvent dat van het kroesje druipt, kleurloos is geworden, wordt nog 30 minuten geëxtraheerd.

Hierbij dient de extractiesnelheid geregeld te worden zodat het vloeistofoppervlak in de extractiekroes niet hoger komt dan 20 mm van de rand.

Opmerking: Bij analyse van monsters met een hoog watergehalte, wordt in het extractietoestel een water opvangkopje opgehangen (zie 3. Belangrijke Opmerkingen).

Na de extractie wordt de kroes gedroogd bij 115-120°C gedurende 1 uur; afgekoeld in een exsiccator (zonder droogmiddel) en afgewogen (tot op 0,1 mg). Herhaal de extractie waarbij het solvent 1 uur (hoogstens 1h 25min.) van het kroesje druipt.

Weeg opnieuw de extractiekroes na drogen en afkoelen. Herhaal de extractie tot de massa van het kroesje met sediment niet meer dan 0,2 mg afwijkt van de voorgaande weging.

De sediment bepaling wordt steeds in tweevoud uitgevoerd. Bij onderlinge verschillen > 0,02 %; dient de bepaling heruitgevoerd te worden met nieuwe extractiekroezen.

## 7 BEREKENINGEN

Het resultaat wordt uitgedrukt in massa % sediment

$$\text{sediment gehalte} = \frac{\text{massa sediment}}{\text{massa oliemonster}} \times 100$$

## 8 VEILIGHEID

Tolueen, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>3</sub>

R : 11-20

S : 16-29-33

- licht ontvlambaar
- schadelijk !

## 9 REFERENTIE

- Standard test method for : Sediment in crude oils and fuel oils by the extraction method, ASTM, D473, Philadelphia, 1981