

EXTRAHEERBARE ORGANISCHE HALOGEENVERBINDINGEN IN OLIE (EOX)

1. DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

De beschreven methode is toepasbaar voor de bepaling van het halogeengehalte afkomstig van niet-vluchtige, met hexaan extraheerbare organohalogenenverbindingen in oliemonsters. De methode laat toe de in olie aanwezige organisch gebonden halogenen te bepalen waarvan het gehalte hoger is dan $2 \cdot 10^{-4}$ m %.

2. PRINCIPE

Het oliemonster wordt verdund met hexaan. Van deze verdunde oplossing wordt een gedeelte in een verwarmde kwartsbuis (850°C) geïnjecteerd. De organohalogenen worden hierin omgezet tot de overeenkomstige waterstofhalogeniden die microcoulometrisch worden bepaald.

3. BELANGRIJKE OPMERKINGEN

- Indien na toevoeging van hexaan een fasescheiding optreedt of indien gesuspenderde vaste deeltjes in de olie aanwezig zijn, wordt het verdunde oliemonster gecentrifugeerd.
- Om mogelijke contaminatie door vluchtige gehalogeneerde koolwaterstoffen (X-KWS) te vermijden, worden de monsters geanalyseerd in een laboruimte waar geen X-KWS worden bewaard noch gebruikt.
- Teneinde verliezen van vluchtige verbindingen te voorkomen, worden monsterflesjes volledig gevuld, goed afgesloten en gekoeld bewaard op een plaats waar contaminatie door gehalogeneerde oplosmiddelen niet kan optreden.

4. APPARATUUR EN MATERIAAL

- Analytische balans (0,1 mg)
- Toestel voor het bepalen van chloor in organische verbindingen, bv. het toestel van Euroglas bestaande uit een verbrandingseenheid en een coulometrische titratieëenheid. Voor een schematische voorstelling van de gebruikte opstelling wordt verwezen naar de analysemethode beschreven voor de bepaling van EOX in vaste afvalstoffen.

5. REAGENTIA

- n-hexaan, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$ gedestilleerd in glas
- n-hexadecaan, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$
- ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (99,8 %)

- 4-chloorfenol, $4(\text{Cl})\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$
- chloorstandaardoplossing: gravimetrisch te bereiden, houdbaarheid minstens 6 maand bij $< 7^\circ\text{C}$
 - stockoplossing $c(\text{Cl}) = 355 \text{ mg/l} : 128,5 \text{ mg } 4(\text{Cl})\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ overbrengen in maatkolf van 100 ml, oplossen in ethanol en aanlengen tot aan de maatstreep
 - $c(\text{Cl}) = 35,5 \text{ mg/l}$: verdun 10 maal de stockoplossing, breng 10 ml in maatkolf van 100 ml, voeg 1 ml n-hexadecaan toe en leng aan tot aan de maatstreep.

6. ANALYSEPROCEDURE

Ongeveer 2,5 g olie wordt tot op 0,1 mg nauwkeurig afgewogen in een maatkolf van 25 ml en aangelengd tot de maatstreep met n-hexaan. Deze oplossing wordt vervolgens door schudden gehomogeniseerd.

100 μl van de oplossing wordt geïnjecteerd met een snelheid van 0,3 $\mu\text{l}/\text{sec}$. Bij het beëindigen van de coulometrische titratie wordt het aantal millicoulomb opgetekend.

Voor een gedetailleerde beschrijving van de werking en het gebruik van de coulometer wordt verwezen naar de bijhorende gebruiksaanwijzing.

Opmerking :

- Bij zeer hoge concentraties aan organohalogenverbindingen worden grotere verdunningen gemaakt.
- Omdat de blanco waarde van de gebruikte reagentia afhangt en deze de analyseresultaten, vooral in het lage concentratiegebied, sterk beïnvloedt, dient bij ingebruikneming van een nieuwe voorraad een controle plaats te vinden. Hierbij worden de gebruikte reagentia op analoge wijze als de monsters behandeld.

7. BEREKENINGEN

Het organisch chloorgehalte, uitgedrukt in massa procenten, wordt berekend volgens :

$$C_{\text{Cl}} = \frac{CMV_m 100}{FV_i G} \quad (\text{m}\%)$$

met:

C_{Cl} = chloorconcentratie (m %)

C = aantal Coulomb (C)

M = atoommassa Cl (35,4527 g/mol)

F = constante van Faraday (96486,79 C/mol)

V_i = volume geïnjecteerd monster (ml)

V_m = volume van maatkolf (ml)

G = afgewogen hoeveelheid olie (g)

8. VEILIGHEID

n-hexaan, CH₃(CH₂)₄CH₃

R : 11-20/21-40

S : 9-16-23

- ontvlambaar

- irriterend

Ethanol

R : 11

S : 7-16

- licht ontvlambaar. Voor oplossingen van ethanol in water van 95 tot 5 vol % varieert het vlampunt van 14°C tot 62°C.

4-Chloorfenol

R : 20/21/22

S : 2-28

- schadelijk

9. REFERENTIES

- Manual for Determination of AOX, POX and EOX, Euroglas BV, Delft, 1988