

# TCE EXTRAHEERBARE (APOLAIRE) STOFFEN MET IR

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de ontwerpprocedures AAC3/C en AAC3/R van mei 1996. De procedure beschrijft de kwantitatieve bepaling van met tetrachlooretheen (TCE) extraheerbare organische verbindingen in water en vaste stoffen met behulp van infrarood(IR)spectrofotometrie. Deze procedure is van toepassing voor de bepaling van de koolwaterstoffenverontreiniging (meer bepaald olie van dierlijke, plantaardige en minerale oorsprong, zepen en detergents, vetzuren, ...) in afvalwater, grondwater en oppervlaktewater evenals in alle soorten bodem (met inbegrip van onderwaterbodem of sediment), vaste afvalstoffen en slibmonsters (voor zover ontwaterd tot een droge stofgehalte van min. 20%).

Onder met tetrachlooretheen extraheerbare stoffen wordt verstaan het geheel van verbindingen die met tetrachlooretheen extraheerbaar zijn en die straling met een golfgetal van  $2925\text{ cm}^{-1}$  en/of  $2958\text{ cm}^{-1}$  en/of  $3030\text{ cm}^{-1}$  absorberen. De term met tetrachlooretheen extraheerbare stoffen dekt de in de milieuwetgeving voorkomende termen oliën en vetten, extraheerbare lipofiele stoffen, chloroform extraheerbare stoffen, opgeloste koolwaterstoffen, geëmulgeerde koolwaterstoffen en extraheerbare koolwaterstoffen. Onder met tetrachlooretheen extraheerbare apolaire stoffen wordt verstaan het geheel van verbindingen die met tetrachlooretheen extraheerbaar zijn, die niet adsorberen aan florisil en die straling met een golfgetal van  $2925\text{ cm}^{-1}$  en/of  $2958\text{ cm}^{-1}$  en/of  $3030\text{ cm}^{-1}$  absorberen. De term met tetrachlooretheen extraheerbare apolaire stoffen dekt ook de in de milieuwetgeving voorkomende termen minerale olie, met  $\text{CCl}_4$  extraheerbare stoffen, alifatische en naftische koolwaterstoffen.

Vanuit milieu-oogpunt is de bepaling van het gehalte aan extraheerbare apolaire stoffen veel belangrijker. Minerale oliën zijn veel moeilijker biodegradeerbaar dan oliën en vetten van plantaardige of dierlijke oorsprong en dus langer als verontreiniging aanwezig.

Als onderste rapporteergrens wordt normaal  $0.2\text{ mg/l}$  gehanteerd voor watermatrices en  $50\text{ mg/kg}$  d.s. voor vaste matrices; zonder specifieke aanpassingen is het met deze procedure bijgevolg niet mogelijk de drinkwaternorm ( $10\text{ }\mu\text{g/l}$ ) te controleren of achtergrondwaarden in niet-verontreinigd grond- en oppervlaktewater te bepalen.

## 2 PRINCIPE

Vaste matrices worden na homogenisatie en chemische droging onderworpen aan een sonicatie-extractie met tetrachlooretheen. Waterige stalen worden onderworpen aan een vloeistof/vloeistof-extractie met tetrachlooretheen. Na de voorbereidingsfase en de extractie is de analyseprocedure gelijk voor alle matrices. Het gehalte aan extraheerbare stoffen wordt bepaald door opname van een infraroodspectrum van  $3200\text{ cm}^{-1}$  tot  $2700\text{ cm}^{-1}$ , waarbij de gemeten extincties van de  $\text{CH}_2$ -absorptieband bij  $2925\text{ cm}^{-1}$ , de  $\text{CH}_3$ -absorptieband bij  $2958\text{ cm}^{-1}$  en de aromatische  $\text{CH}$ -absorptieband bij  $3030\text{ cm}^{-1}$  een maat zijn voor de aanwezige hoeveelheid extraheerbare verbindingen. Voor de bepaling van het gehalte aan extraheerbare apolaire verbindingen wordt aan het extract eerst florisil toegevoegd om de polaire stoffen te verwijderen, waarna op analoge wijze als hierboven beschreven een infraroodspectrum opgenomen wordt.

## 3 BELANGRIJKE OPMERKINGEN

De infraroodmethode laat in geen geval toe de herkomst van de verontreiniging te achterhalen. Het bekomen infraroodspectrum is te weinig specifiek om onderscheid te kunnen maken tussen verschillende olietypes. De herkomstbepaling van een olieverontreiniging dient gaschromatografisch te gebeuren.

De gemeten gehalten voor deze "somparameters" zijn afhankelijk van de toegepaste definitie en methode. Kwantitatieve analyses met de gravimetrische, de gaschromatografische en de infraroodmethode kunnen sterk uiteenlopende resultaten opleveren.

#### 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0.1 mg (bijv. Mettler AE 163)
- 4.2 bovenweger met een afleesnauwkeurigheid van 0.01 g (bijv. Mettler PB 3002)
- 4.3 bruine glazen flessen van 0.5 l of 1 l voor bewaring van voorbehandelde TCE
- 4.4 rollenbank
- 4.5 zwartband papierfilters (Sleicher & Schuell 589/1 of gelijkwaardig)
- 4.6 gebruikelijk laboratoriumglaswerk (erlenmeyers, bekers, maatcilinders, ...)
- 4.7 glazen chromatografische kolommen (i.d. 10-15 mm) met gefritteerde basis
- 4.8 fourier transform infraroodspectrofotometer
- 4.9 afsluitbare kwartscuvetten, geschikt voor infraroodmetingen, met optische lengte van 1 en 5 cm.
- 4.10 scheidrechters van 1 l
- 4.11 schudmachine
- 4.12 afsluitbare glazen of teflon centrifugebuizen van 100 ml
- 4.13 centrifuge (min. 2000 toeren/min)
- 4.14 pH-indicatorpapier
- 4.15 mortier en stamper (porcelein)
- 4.16 bruine glazen flessen van 0.5 l en 1 l voor bewaring van met Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gemengde deelstalen
- 4.17 ultrasoonbad

#### 5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

- 5.1 tetrachlooretheen (Merck Uvasol voor spectroscopie)  
Tetrachlooretheen bevat een stabilisator (gewoonlijk N-methylmorfoline) die IR-licht absorbeert en die voor gebruik uit het oplosmiddel moet verwijderd worden. Breng hiervoor in de fles 15 g geactiveerde florisil (zie hieronder) per liter TCE en schud gedurende ca. 30 min op de rollenbank.  
De bruikbaarheid van de voorbehandelde tetrachlooretheen wordt, na bezinken, gecontroleerd door het infraroodspectrum op te nemen van 3200 tot 2700 cm<sup>-1</sup> in een cuvet met een weglengte van 1 cm, met het spectrum van de lege cuvet als referentie. Tetrachlooretheen is bruikbaar indien de transmissie in het gebied van 3030 tot 2925 cm<sup>-1</sup> groter is dan 74 %.  
De gebruiksklare TCE wordt over een papierfilter gefiltreerd, bewaard in een bruine glazen fles en tenminste wekelijks opnieuw gecontroleerd.
- 5.2 natriumsulfaat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), granulair en watervrij (Merck p.a. of gelijkwaardig)  
Een geopende verpakking wordt bewaard in een droogoven bij 130°C.
- 5.3 florisil, 0.15-0.25 mm (Merck voor kolomchromatografie of gelijkwaardig)  
Deze wordt geactiveerd door verhitten gedurende min. 16 uur bij 140°C, waarbij de laagdikte niet groter mag zijn dan 1 cm.  
De kwaliteit van de geactiveerde florisil wordt gecontroleerd met een oplossing van 2 g/l dodecaanzuur in voorbehandelde tetrachlooretheen. Voeg aan 40 ml van deze oplossing 3 g florisil toe en schud het geheel gedurende 30 minuten. De oplossing moet, na bezinken, bij meting met een cuvet van 1 cm in het gebied van 3030 cm<sup>-1</sup> tot 2925 cm<sup>-1</sup> minimaal 90 % transmissie vertonen. Indien de transmissie kleiner is dan dient de florisil opnieuw geactiveerd te worden door gedurende min. 16 uur te verhitten bij 140°C. Gebruiksklare florisil wordt bewaard in een exsiccator en tenminste tweewekelijks opnieuw gecontroleerd.

- 5.4 hexadecaanoplossing voor controle van de extinctiecoëfficiënten  
Los exact 180 mg n-hexadecaan op in 1000 ml voorbehandelde tetrachlooretheen; de oplossing wordt in het donker in een bruine glazen fles bewaard.
- 5.5 motorolie (Castrol Castrolube 30 of gelijkwaardig) voor aanmaak van controlestalen  
Een watercontrolestaal wordt gravimetrisch m.b.v. de analytische balans bereid door brengen van een druppel (ca. 0.01 g) olie, m.b.v. de daarvoor voorziene injectiespuit, in ca. 250 g blanco water en toevoegen van blanco water tot een gewenste concentratie (bv. 20 mg/l) wordt bereikt.  
Een bodemcontrolestaal wordt gravimetrisch m.b.v. de analytische balans bereid door brengen van enkele druppels (ca. 0.05 g) olie, m.b.v. een glazen wegwerppipet, in ca. 10 g blanco zand en toevoegen van blanco zand tot een gewenste concentratie (bv. 2000 mg/kg) wordt bereikt. Dit gedopeerde zandstaal wordt gemengd met ca. 15 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en verder behandeld als een gewoon gemengd staal.
- 5.6 natriumchloride (Merck extra zuiver of gelijkwaardig)
- 5.7 zoutzuur, geconcentreerd (Merck p.a. of gelijkwaardig)
- 5.8 blanco water (Milli-Q<sub>185</sub>Plus of gelijkwaardig)
- 5.9 blanco zand voor aanmaak van controlestalen

## 6 MONSTERBEWARING EN -VOORBEHANDELING

### 6.1 Watermatrices

Waterstalen worden in een afzonderlijke glazen recipiënt van 0.5 of 1 l afgeleverd. Plastic recipiënten zijn niet toegelaten. Deelmonsternamen zijn niet toegelaten, de volledige inhoud van de fles dient gebruikt te worden.

De waterstalen worden bij voorkeur onmiddellijk aangezuurd met geconcentreerd zoutzuur tot pH 2 en vervolgens bewaard in de koelkast. De monsters kunnen op deze wijze gedurende 28 dagen bewaard worden zonder afname van het gehalte aan extraheerbare stoffen.

Van waterstalen die gesuspendeerde deeltjes bevatten worden de deeltjes niet voorafgaandelijk door filtratie verwijderd. Van slibstalen met bovenstaande waterfase worden de vaste en de waterfase gescheiden en afzonderlijk geanalyseerd en gerapporteerd, tenzij anders afgesproken met de klant.

Van waterstalen die een zichtbare oliedrijflaag bevatten groter dan 2 mm wordt de drijflaag afgescheiden en volumetrisch of gravimetrisch gemeten (zie bijv. DIN 38409-H19 (1986)). De aanwezigheid van de drijflaag, de hoeveelheid en de bepalingmethode worden in het verslag opgenomen.

### 6.2 Vaste matrices

De monsters worden bewaard in de koelkast. Van de monsters wordt het droge stof gehalte bepaald.

Voor de bepaling van de met TCE extraheerbare (apolaire) stoffen worden, met behulp van een steekboor of ander hulpmiddel, uit de monsterfles verschillende deelfracties genomen, met een totaalgewicht van ongeveer 15-50 g, afhankelijk van het droge stof gehalte. De afgenomen hoeveelheid wordt tot op 0.01 g nauwkeurig bepaald ( $m_1$ ) en genoteerd. Het deelstaal wordt in een mortier vermalen en vermengd met watervrij Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tot een droog poeder bekomen wordt. Men noteert het totaalgewicht ( $m_2$ ). Het geheel wordt in een bruine glazen fles gebracht. Vermengd met Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kan het monster, indien goed afgesloten, gedurende één week bij kamertemperatuur bewaard worden.

TCE-extracten zijn 1 maand houdbaar.

## 7 EXTRACTIE

### 7.1 Extractie van watermatrices

Bepaal de massa ( $m_1$ ) van de gevulde monsterfles tot op 1 g nauwkeurig. Breng de inhoud over naar een scheitrechter, voeg per 900 ml monster ca. 15 g natriumchloride toe en breng voor zover dit nog niet gebeurd is de pH met zoutzuur op 2. Spoel de monsterfles na met ongeveer 20 ml voorbehandelde tetrachlooretheen en breng deze ook in de scheitrechter. Schud de scheitrechter gedurende 30 min op een schudtoestel. Alternatief kan men de extractie uitvoeren in de monsterfles, voor zover de nodige bijkomende vloeistof nog kan toegevoegd worden, en de inhoud nadien overbrengen naar een scheitrechter.

Laat de vloeistoffen ontmengen en scheid de tetrachlooretheen af. Treedt emulsievorming op dan wordt de tetrachlooretheen samen met de emulsie opgevangen in een centrifugeerbuis en wordt het geheel gedurende enkele minuten gecentrifugeerd bij min. 2000 toeren per minuut.

De bovenstaande waterfase wordt daarna zo goed mogelijk met behulp van een pipet verwijderd en opnieuw aan het watermonster in de scheitrechter toegevoegd. Eventueel kunnen voor het breken van een emulsie alternatieve methoden toegepast worden (soniceren, ...). Indien de afgescheiden TCE laag nog een hoeveelheid water bevat dan kan dit verwijderd worden door toevoegen van een geschikte hoeveelheid  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .

Breng opnieuw ongeveer 20 ml voorbehandelde tetrachlooretheen in de monsterfles, spoel hiermee de binnenwand, breng over naar de scheitrechter en extraheer hiermee het waterstaal een tweede keer. Laat vervolgens de monsterfles gedurende 5 min uitlekken en bepaal het gewicht van de lege fles ( $m_2$ ).

De extracten worden gefiltreerd over een papierfilter die ongeveer 3 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  bevat en opgevangen in een erlenmeyer van 50 ml. Men bepaalt door weging het gewicht en hieruit het volume van het verkregen extract ( $d = 1.623 \text{ g/ml}$ ).

### 7.2 Extractie van vaste matrices

Weeg, tot op 0.01 g nauwkeurig, ongeveer 30 g van het met  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  vermengd staal ( $m_3$ ) af in een vooraf gewogen erlenmeyer van 250 ml, die voorzien kan worden van glazen stop en sluitklem. Voeg hieraan ongeveer 100 ml voorbehandelde tetrachlooretheen toe, sluit de erlenmeyer af en soniceer het geheel gedurende 1 uur. Weeg de erlenmeyer met staal en tetrachlooretheen; bepaal het gewicht en hieruit het volume aan toegevoegde tetrachlooretheen ( $d = 1.623 \text{ g/ml}$ ). Laat de vaste fase bezinken.

## 8 ANALYSEPROCEDURE EN BEREKENINGEN

### 8.1 Bepaling van het gehalte aan extraheerbare stoffen

#### 8.1.1 controle van de goede werking van de infraroodspectrofotometer

##### 8.1.1.1 bepaling van de instrumentblanco (= blancobepaling)

Vul een 1 cm cuvet met voorbehandelde tetrachlooretheen. Neem hiervan het spectrum van 3200 tot 2700  $\text{cm}^{-1}$  op als referentie. Neem vervolgens het transmissiespectrum van 3200 tot 2700  $\text{cm}^{-1}$  op t.o.v. voornoemde referentie. De transmissie dient over dit traject 100 % te bedragen, met een toegelaten afwijking van 2 %.

Opmerking : Afwijkingen groter dan 2 % kunnen worden veroorzaakt door vervuilde cuvetten en/of een niet goed functionerende spectrofotometer. Herhaling van de transmissiemeting zonder cuvetten kan hierover uitsluitel geven.

### 8.1.1.2 controle van de juistheid van de extinctiemetingen

Vul de cuvet van 1 cm met de hexadecaanoplossing (zie 5.1), plaats deze in de lichtweg van de spectrofotometer en neem, met voorbehandelde tetrachlooretheen als referentie, het absorptiespectrum op van 3200 tot 2700  $\text{cm}^{-1}$ . Bepaal de absorptiemaxima bij ca. 2925 en 2958  $\text{cm}^{-1}$  en bereken hieruit de twee extinctiecoëfficiënten. De berekende waarden moeten gelegen zijn tussen 3.8 en 4.3  $\text{ml}/(\text{mg}\cdot\text{cm})$  en 1.4 en 1.6  $\text{ml}/(\text{mg}\cdot\text{cm})$ .

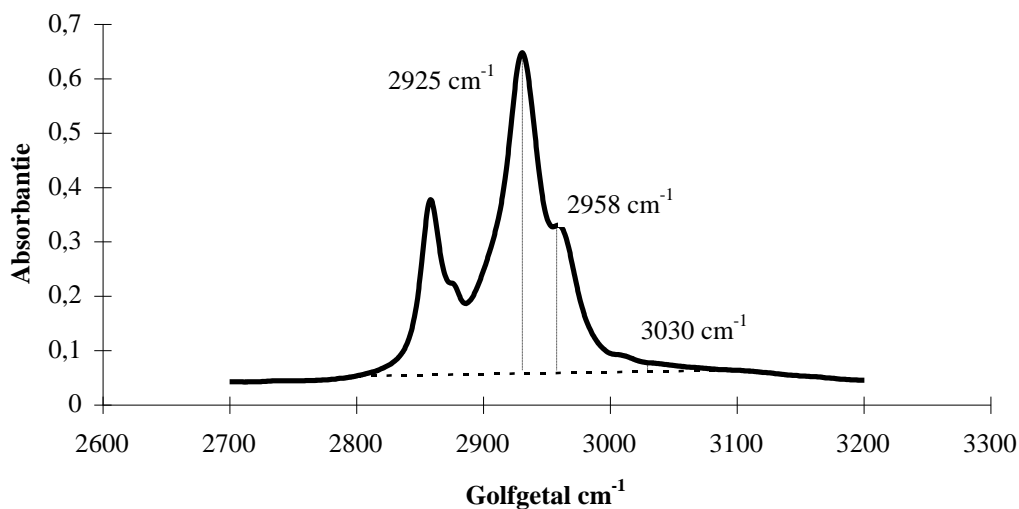
In geval van afwijkende extinctiecoëfficiënten dient in de eerste plaats een nieuwe meting uitgevoerd te worden m.b.v. een vers gemaakte hexadecaanoplossing. Persistente afwijkingen kunnen te wijten zijn aan een te hoge registratiesnelheid en/of te grote spectrale bandbreedte, alsook aan de veroudering van de stralingsbron of de vervuiling of beschadiging van het optische systeem.

FTIR toestellen worden ingesteld op een resolutie van 4  $\text{cm}^{-1}$  en op een geschikt aantal scans zodat voldoende signaal-ruisverhouding bekomen wordt voor het behalen van de gewenste detectiegrens.

### 8.1.2 meting van stalen

Transfereer m.b.v. een glazen wegwerppipet de nodige hoeveelheid van het extract naar de cuvet van 1 cm. Neem op analoge wijze als voor de hexadecaanoplossing het infraroodspectrum van het extract op. Trek een basisrechte die de absorpties bij 3100  $\text{cm}^{-1}$  en 2800  $\text{cm}^{-1}$  verbindt (zie Fig 1). De absorptiewaarden worden t.o.v. deze basisrechte bepaald op het maximum van de IR-banden bij ca. 2925  $\text{cm}^{-1}$ , 2958  $\text{cm}^{-1}$  en 3030  $\text{cm}^{-1}$ , voor zover de maxima niet meer dan 5  $\text{cm}^{-1}$  afwijken van de hierboven opgegeven golfgetallen. In het andere geval meet men de absorptiewaarden bij exact de opgegeven golfgetallen.

Wordt bij één van de bovenstaande golfgetallen een overschrijding van de absorptiewaarde van 1.0 vastgesteld dan moet het extract verdund worden en hermeten. De verdunningsfactor  $f_1$  wordt genoteerd.



Figuur 1: IR-absorptiespectrum van een extract

In geval de absorpties minder dan 0.1 bedragen kan desgewenst een gevoeliger meting uitgevoerd worden m.b.v. een cuvet met optische weglengte van 5 cm. Neem met deze cuvet een nieuw referentiespectrum op en hermeet dan achtereenvolgens de instrumentblanco, de procedureblanco en de betrokken stalen.

Bepaal afhankelijk van de matrix met behulp van de onder 8.1.3 of 8.1.4 beschreven formules het gehalte aan extraheerbare stoffen.

### 8.1.3 berekening van het gehalte in watermatrices

Bereken het gehalte in mg/l met de formule :

$$C = \frac{1000 \cdot d \cdot V \cdot f_1}{(m_1 - m_2) \cdot l} \cdot \left( \frac{A_1}{c_1} + \frac{A_2}{c_2} + \frac{A_3}{c_3} \right)$$

met:

V = het volume van het verkregen extract in ml

d = de dichtheid van het watermonster in kg/l (wordt gelijk gesteld aan 1.00 kg/l)

l = de optische weglengte in cm

f<sub>1</sub> = de verdunningsfactor bij overschrijding van een absorbantiewaarde van 1.0

m<sub>1</sub> = de massa van de gevulde monsterfles in g

m<sub>2</sub> = de massa van de lege monsterfles in g

A<sub>1</sub> = de absorbantie bij 3030 cm<sup>-1</sup>

A<sub>2</sub> = de absorbantie bij 2958 cm<sup>-1</sup>

A<sub>3</sub> = de absorbantie bij 2925 cm<sup>-1</sup>

c<sub>1</sub> = de extinctiecoëfficiënt bij 3030 cm<sup>-1</sup> = 0.68 ml/(mg.cm)

c<sub>2</sub> = de extinctiecoëfficiënt bij 2958 cm<sup>-1</sup> = 5.2 ml/(mg.cm)

c<sub>3</sub> = de extinctiecoëfficiënt bij 2925 cm<sup>-1</sup> = 3.9 ml/(mg.cm)

De waarden c<sub>1</sub>, c<sub>2</sub> en c<sub>3</sub> zijn experimenteel vastgelegd uitgaande van een aantal minerale olie producten <sup>(1)</sup>; deze werkwijze voor kalibratie is na onderzoek in een werkgroep van milieulaboratoria als referentiemethode weerhouden <sup>(2)</sup>.

Rond de uitkomst af op twee significante cijfers voor zover het gehalte groter is dan 0.2 mg/l; nog lagere gehalten worden normaal als "< 0.2 mg/l" gerapporteerd.

Het relatieve gehalte aan aromatische koolwaterstoffen kan berekend worden uit het onderstaande quotiënt en als bijkomende informatie aan de klant meegedeeld worden. :

$$\frac{A_1 / c_1}{A_1 / c_1 + A_2 / c_2 + A_3 / c_3}$$

### 8.1.4 berekening van het gehalte in vaste matrices

Een analoge berekeningswijze als voor de watermatrices wordt ook voor de vaste matrices gehanteerd. De concentratie in mg/kg wordt berekend aan de hand van de volgende formule:

$$C = \frac{1000 \cdot V \cdot f_1}{m \cdot ds \cdot l} \cdot \left( \frac{A_1}{c_1} + \frac{A_2}{c_2} + \frac{A_3}{c_3} \right)$$

met:

V = het toegevoegde volume tetrachlooretheen in ml;

ds = het droge stof gehalte in g/g, m.a.w. het droge stof gehalte in %/100;

l = de optische weglengte in cm;

f<sub>1</sub> = de verdunningsfactor bij overschrijding van een absorbantiewaarde van 1.0;

m = m<sub>3</sub> · m<sub>1</sub>' / m<sub>2</sub>', de hoeveelheid oorspronkelijk monster gebruikt in de extractieprocedure in g

A<sub>1</sub> = de absorbantie bij 3030 cm<sup>-1</sup>

A<sub>2</sub> = de absorbantie bij 2958 cm<sup>-1</sup>

A<sub>3</sub> = de absorbantie bij 2925 cm<sup>-1</sup>

c<sub>1</sub> = de extinctiecoëfficiënt bij 3030 cm<sup>-1</sup> = 0.68 ml/(mg.cm)

c<sub>2</sub> = de extinctiecoëfficiënt bij 2958 cm<sup>-1</sup> = 5.2 ml/(mg.cm)

c<sub>3</sub> = de extinctiecoëfficiënt bij 2925 cm<sup>-1</sup> = 3.9 ml/(mg.cm)

Rond de uitkomst af op twee significante cijfers voor zover het gehalte groter is dan 100 mg/kg ds.

Het relatieve gehalte aan aromatische koolwaterstoffen kan berekend worden uit het onderstaande quotiënt en als bijkomende informatie aan de klant meegedeeld worden. :

$$\frac{A_1 / c_1}{A_1 / c_1 + A_2 / c_2 + A_3 / c_3}$$

## 8.2 Bepaling van het gehalte aan extraheerbare apolaire stoffen

### 8.2.1 zuivering van het monsterextract

#### 8.2.1.1 zuivering van het monsterextract op een florisilkolom

Vul een glazen chromatografiekolom met 3 g voorbehandelde florisil. Breng met een wegwerppipet de nodige hoeveelheid van het extract (zie punt 7) op de kolom en laat percoleren. Enkel de eerste 10 ml van het eluaat worden opgevangen in een erlenmeyer of maatkolf die voorzien kan worden van een glazen stop.

Opmerking : De adsorptiecapaciteit van florisil bedraagt ca. 40 mg/g. Bevat het extract een belangrijke hoeveelheid polaire stoffen dan volstaat de bovenstaande zuiveringsstap niet en moet de zuiveringsstap herhaald worden tot men een constante waarde voor de absorbantie krijgt. Op basis van het gemeten gehalte aan extraheerbare stoffen kan het zinvol zijn eerst het extract te verdunnen en hiervan slechts een deel aan de florisilzuivering te onderwerpen.

#### 8.2.1.2 zuivering van het monsterextract door schudden met florisil

Alternatief aan de bovenstaande zuiveringsstap kan men het extract zuiveren door schudden met florisil. Voeg aan het extract (zie punt 7) 3 g voorbehandelde florisil toe en schud het geheel krachtig gedurende 30 minuten. Indien na bezinken de bovenstaande vloeistof volledig helder is dan wordt rechtsreeks een hoeveelheid overgebracht naar de cuvet. Is dit niet het geval dan kan de bovenstaande vloeistof via een zwartbandfilter in de cuvet gebracht worden.

Opmerking : Ook hier kan het, op basis van het gemeten gehalte aan extraheerbare stoffen, zinvol zijn eerst het extract te verdunnen en daarna slechts een deel hiervan aan de florisilzuivering te onderwerpen.

### 8.2.2 controle van de goede werking van de infraroodspectrofotometer

Controleer voorafgaand aan een meetreeks de goede werking van de infraroodspectrofotometer op analoge wijze als beschreven onder 8.1.1

### 8.2.3 meting van stalen

Neem het infraroodspectrum op van het met florisil gezuiverde extract van het staal en bepaal de absorbantiewaarden, volgens de methode beschreven onder 8.1.2.

Bereken en rapporteer het gehalte aan extraheerbare apolaire stoffen cfr. 8.1.3 en 8.1.4.

## 9 KWALITEITSCONTROLE

### Controle van de solventkwaliteit

De kwaliteit van elke nieuwe fles tetrachlooretheen wordt gecontroleerd volgens de procedure beschreven onder 5.

**Controle van de florisilactiviteit**

Na de reiniging en activatie van een hoeveelheid florisil wordt de activiteit getest volgens de procedure beschreven onder 5.1. Florisil die in de exsiccator bewaard wordt dient op regelmatige basis (bv. tweewekelijks) opnieuw gecontroleerd te worden.

**Controle van de instrumentblanco en de extinctiecoëfficiënten voor de hexadecaanoplossing**

Bij het begin van elke meetreeks wordt de goede werking van het apparaat gecontroleerd volgens de procedure beschreven onder 8.1.1. Het voor de hexadecaanoplossing geregistreerde spectrum en de berekende extinctiecoëfficiënten worden bewaard in het analysedossier van de meetreeks.

**Controle van de procedureblanco**

Een procedureblanco wordt minstens éénmaal per analysereeks bepaald. Extraheer ingeval van wateranalyse een hoeveelheid blanco water overeenkomstig de hoeveelheid in opwerking genomen staal, en behandel verder als een gewoon staal. Voor vaste matrices wordt 15 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> geëxtraheerd en verder behandeld als een gewoon staal. Bij de berekening cfr. 8.1.4 wordt m conventioneel gelijk gesteld aan 15 g.

Het geregistreerde spectrum van de procedureblanco wordt bijgehouden in het analysedossier.

Het resultaat van de procedureblanco mag voor water niet meer dan 10 % van het gehalte teruggevonden voor de monsters of, voor monsterwaarden < 2 mg/l, niet meer dan de onderste rapporteergrens (0.2 mg/l) bedragen. Voor vaste matrices mag het bekomen resultaat van de procedureblanco niet meer dan 50 mg/kg bedragen.

De resultaten bekomen voor stalen worden normaal niet gecorrigeerd met de blancowaarde.

Mocht de procedureblanco niet voldoen aan bovenstaande criteria en heranalyse van de stalen bij gebrek aan geschikte reservestalen onmogelijk zijn, dan kan eventueel toch gecorrigeerd worden voor de procedureblanco, met een opmerking hieromtrent op het verslag.

**Controlemonster**

Minstens éénmaal per analysereeks wordt een controlemonster met gekende concentratie aan koolwaterstoffen geanalyseerd. Dit wordt vers bereid zoals beschreven onder 5. Het spectrum wordt bijgehouden in het analysedossier. De gemeten waarden worden geregistreerd in een controlekaart. De statistische beheersing wordt opgevolgd volgens de algemeen voor controlekaarten geldende criteria.

**10 ANALYSEGAN**

De typische analysegang is schematisch weergegeven in Tabel 1 hieronder.

Tabel 1: typische analysegang

- |   |   |
|---|---|
| - Bij ingebruikname TCE en vervolgens min. wekelijks:   |   |
| Registreer, met een lege cuvet als referentie, het spectrum van de voorbehandelde TCE                   | transmissie 3030-2925 cm <sup>-1</sup> > 74%? |
| - Bij ingebruikname florisil en vervolgens min. tweewekelijks:  |   |
| Registreer, met voorbehandelde TCE als referentie, het spectrum van de behandelde dodecaanzuuroplossing | transmissie 3030-2925 cm <sup>-1</sup> > 90%? |



- Bij het begin van elke analysereeks:
- Verifieer, met voorbehandelde TCE als referentie, de instrumentblanco: transmissie =  $100 \pm 2$  % ?
- Registreer, met voorbehandelde TCE als referentie, het spectrum van de hexadecaanoplossing:  $4.0 \leq \epsilon_{2925 \text{ cm}^{-1}} \leq 4.4$  en  $1.4 \leq \epsilon_{2958 \text{ cm}^{-1}} \leq 1.6$  ?
- Minstens éénmaal per analysereeks
- Registreer, met voorbehandelde TCE als referentie, het spectrum van de procedureblanco: blanco  $\leq 0.2$  mg/l of  $\leq 50$  mg/kg d.s. of  $\leq 0.1$  \* monsterwaarden ?
- Registreer, met voorbehandelde TCE als referentie, het spectrum van het controlestaal statistische beheersing OK ?
- Voor elk staal
- Registreer, met voorbehandelde TCE als referentie, Het spectrum van het extract absorbantie  $< 1.0$  ?
- Indien niet, verdun en hermeet
- Bereken C

## 11 VEILIGHEID

Tetrachlooretheen is schadelijk bij inademing, bij opname door de huid en bij inslikken. Bij temperaturen boven  $150^\circ\text{C}$  ontbindt het in toxische en irriterende producten. Bij gebruik dienen de nodige beschermmaatregelen genomen te worden zoals een goede ventilatie en het dragen van handschoenen.

## 12 REFERENTIES

- Bepaling van het gehalte aan minerale olie met behulp van infrarood-spectrofotometrie; NEN 6675 (1989)
- Deze procedure is het resultaat van besprekingen en ringonderzoeken uitgevoerd in de werkgroep organische parameters