

## ONTSLUITINGSMETHODE VOOR OLIE

### 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Voor de bepaling van het 'totale' metaalgehalte in olie wordt een destructie- of ontsluitingsmethode op het te analyseren monster toegepast. Zowel de metalen die organisch als anorganisch gebonden zijn worden hierbij vrijgezet. De aanwezige metalen worden omgezet in de oplosbare metaalzouten zodat ze aansluitend kunnen gemeten worden met inductief gekoppeld plasma atoom emissie spectrometrie (ICP-AES), atomaire absorptie spectrometrie (AAS) of andere alternatieve meetmethoden.

### 2 BELANGRIJKE OPMERKINGEN

Tijdens de monsterbehandeling en -ontsluiting dienen speciale voorzorgen genomen te worden om mogelijke contaminatie te voorkomen.

Vermijd contact met rubber, verf, sigarettenrook, Kleenex en alle metalen materialen.

Bij de monsterontsluiting worden enkel zuren en reagentia gebruikt met een hoge zuiverheidsgraad. Deze zuren worden zelf bereid door 'sub-boiling' destillatie of zijn in de handel verkrijgbaar als 'high purity' zuren (Suprapur of Ultrapur)

Het volume zuur gebruikt bij de ontsluiting wordt zo klein mogelijk gehouden om blanco bijdragen te minimaliseren. Er moet er echter voldoende aanwezig zijn om het monster goed te bevochtigen.

### 3 REINIGING VAN HET MATERIAAL

De ontsluitingsrecipiënten en hun deksels worden gereinigd door ze te vullen met enkele ml geconcentreerd salpeterzuur extra pur en ze in de microgolfoven te plaatsen. Ze ondergaan hetzelfde overprogramma dat later voor de monsterdestructie zal gebruikt worden. Na afkoelen worden zij zorgvuldig nagespoeld met ultra puur water en worden ze omgekeerd te drogen gezet.

De gebruikte kolven en trechters worden met geconcentreerd salpeterzuur extra pur gespoeld en zorgvuldig nagespoeld met ultra puur water voor en na ieder gebruik.

### 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 microgolfoven en toebehoren
- 4.2 analytische balans (tot op 0,1 mg)
- 4.3 Teflon-ontsluitingsrecipiënt + deksel inhoud 100 ml
- 4.4 omhulsel (veiligheidsmantel) met afsluitplaat
- 4.5 maatkolven 50 ml
- 4.6 trechter
- 4.7 kunststof flessen 50 ml
- 4.8 plastic spuitjes

**5 REAGENTIA**

- 5.1 ultra puur water (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m<sup>-1</sup>, equivalent met een weerstand groter dan 0,01 MΩ m bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een waterzuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan 0,18 MΩ m (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als 18 MΩ cm).
- 5.2 salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> extra pure 65 % d =1,40
- 5.3 salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> bereid via subboiling procédé uitgaande van salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> G.R. 65 % d=1,40
- 5.4 waterstofperoxide, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30%) Suprapur

**6 MONSTERONTSLUITING**

Breng met een plastic spuitje 0,2 tot 0,5 g tot op 0,1 mg nauwkeurig afgewogen gehomogeniseerd oliemonster in het Teflon-ontsluitingsrecipiënt. De oliemonsters worden steeds in tweevoud ontsloten.

Er wordt bij iedere reeks ook een procedureblanco meegenomen die dezelfde weg volgt als een monster maar er geen bevat. Hiertoe worden de gebruikte reagentia zonder monster samengebracht, ontsloten en overgebracht in een maatkolfje. Deze blanco bepaling laat een correctie toe voor de metaal-ion bijdrage van het gebruikte zuurmengsel, de gebruikte recipiënten enz...

Voeg achtereenvolgens 5 ml salpeterzuur HNO<sub>3</sub> (subboiled), 2 ml waterstofperoxide H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> toe en sluit de recipiënten af.

Plaats ze met hun beschermingsmantels in de carousel op nummer zoals in het ontsluitingsboekje vermeld. Breng de carousel over in de microgolfoven en onderwerp het materiaal aan volgend ontsluitingsprogramma van de oven :

| Tijd   | Vermogen   | Interne<br>Temperatuur | Externe<br>Temperatuur | Druk |
|--------|------------|------------------------|------------------------|------|
| 1 min  | 250 Watt   |                        | 35°C                   |      |
| 5 min  | 0 Watt     |                        |                        |      |
| 1 min  | 250 Watt   |                        | 35°C                   |      |
| 5 min  | 0 Watt     |                        |                        |      |
| 5 min  | 250 Watt   |                        | 35°C                   |      |
| 5 min  | 400 Watt   |                        | 35°C                   |      |
| 10 min | 0 Watt     |                        |                        |      |
| 1 min  | 600 Watt   |                        | 35°C                   |      |
| 30 min | Ventileren |                        |                        |      |

Plaats de carousel daarna in een waterbad of gootsteen om de monsters te laten afkoelen alvorens de recipiënten te openen. Men controleert of het monster na deze eerste ontsluiting voldoende is gedestruerd.

Indien dit niet het geval is zal men opnieuw 2 ml waterstofperoxide H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> toevoegen en het monster nogmaals onderwerpen aan bovenstaand ontsluitingsprogramma. Men laat de monsters na deze eventueel tweede ontsluiting voldoende afkoelen alvorens ze te openen. Men spoelt de deksel af in het Teflon-potje en brengt vervolgens de inhoud kwantitatief over met een trechter in een zuiver kolfje van 50 ml en lengt aan tot de maatstreep met ultra puur water.

Breng na homogeniseren de inhoud over in een met ontsluitingsvloeistof voorgespoeld kunststof flesje.

Voor elk te bepalen metaal dient het rendement en de reproduceerbaarheid van de toegepaste ontsluitingsmethode te worden gecontroleerd.

**7 VEILIGHEID**

Gebruik microgolfoven destructie in afgesloten recipiënt.

Mogelijk explosiegevaar bestaat bij de ontsluiting van monsters met een hoog gehalte aan gemakkelijke oxydeerbare, organische bestanddelen

Salpeterzuur, HNO<sub>3</sub>

R : 35

S : 223-26-27

- corrosief
- nooit water in zuur gieten, bij verdunnen altijd salpeterzuur in water gieten
- in donker glazen verpakking bewaren om ontbinding o.i.v. licht met vorming van nitreuze dampen te vermijden

Waterstofperoxide H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

R : 34

S : 28-39

- corrosief