

~~~~~

***Bepaling van petroleumether extraheerbare  
stoffen in water***

~~~~~

INHOUD

1	TOEPASSINGSGEBIED	3
2	PRINCIPE	3
3	OPMERKINGEN	3
4	APPARATUUR , MATERIAAL EN REAGENTIA	3
4.1	APPARATUUR.....	3
4.2	MATERIAAL.....	3
4.3	REAGENTIA.....	3
5	PROCEDURE	4
5.1	MONSTER	4
5.2	PROCEDUREBLANCO	4
6	BEREKENING	4
7	KWALITEITSCONTROLE	5
7.1	PROCEDUREBLANCO	5
7.2	CONTROLEMONSTER.....	5
8	REFERENTIES	5

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de gravimetrische bepaling van met petroleumether extraheerbare organische verbindingen in water. **De procedure is van toepassing voor oppervlaktewater, grondwater, drinkwater en afvalwater vanaf een concentratie van 20 mg/l.**

2 PRINCIPE

Het aangezuurde staal wordt onderworpen aan een vloeistof-vloeistof extractieprocedure met petroleumether. De petroleumether wordt verdampt en het residu wordt gravimetrisch bepaald.

3 OPMERKINGEN

- Voor bewaringscondities en –termijnen van de watermonsters wordt verwezen naar de algemene procedure voor monstervoorbehandeling: WAC/I/A/010.
- Van waterstalen die gesuspendeerde deeltjes bevatten worden de deeltjes niet voorafgaandelijk door filtratie verwijderd.

4 APPARATUUR, MATERIAAL EN REAGENTIA

4.1 Apparatuur

- 4.1.1. Analytische balans met een afleesnauwkeurigheid van 0.1 mg
- 4.1.2. Schudmachine voor de uitvoering van de extractie
- 4.1.3. Waterbad
- 4.1.4. pH-meter (of alternatief pH-indicatorpapier)

4.2 Materiaal

- 4.2.1. Gebruikelijk laboratoriumglaswerk
Opmerking: voor gebruik wordt het glaswerk gespoeld met aceton p.a. en daarna grondig drooggeblazen
- 4.2.2. Scheitrechters van 1000 ml
- 4.2.3. Indampkolfjes
- 4.2.4. Glasvezelfilters

4.3 Reagentia

- 4.3.1. Petroleumether (40°C-60°C) : pro analyse.
- 4.3.2. Zoutzuur, HCl: geconcentreerd
- 4.3.3. Natriumsulfaat, Na₂SO₄: watervrij. Een geopende verpakking wordt bewaard in een droogoven bij 105°C
- 4.3.4. **Blancowater: water dat minder dan 10 mg/l PE-extraheerbare stoffen bevat, bijvoorbeeld mineraalwater**

5 PROCEDURE

5.1 Monster

- Bepaal de massa (m_1) van de gevulde monsterfles tot op 0.1 g nauwkeurig.
- Breng de inhoud van de monsterfles over in een scheidtrechter.
- Breng het staal voor zover dit nog niet gebeurd is op pH 2 met zoutzuur (4.3.2.).
- Spoel de monsterfles na met 200 ml petroleumether (4.3.1.) en voeg de petroleumether bij het waterstaal in de scheidtrechter.
- De scheidtrechter wordt gedurende 15 min geschud op een schudtoestel (4.1.2.).
- Laat de vloeistoffen ontmengen en scheid de petroleumether af. Treedt emulsievorming op dan wordt de petroleumether samen met de emulsie opgevangen in een centrifugeerbuis (4.2.4.) en het geheel wordt gedurende 3 min gecentrifugeerd bij 2000 toeren. De onderstaande waterfase wordt daarna zo goed mogelijk met behulp van een pipet verwijderd. Voor het breken van de emulsie kan men alternatief het mengsel opkoken of invriezen.
- Het extract wordt afgefilterd op een glasvezelfilter (4.2.4.) die 3 g Na_2SO_4 (4.3.3.) bevat en het extract wordt opgevangen in een vooraf (tot op 0.1 mg) getarreeerde indampkolf; de filter wordt daarbij nagespoeld met petroleumether.
- Plaats de indampkolf op een waterbad van 80 °C en laat alle petroleumether verdampen.
- Neem de indampkolf van het waterbad, droog de buitenkant af en laat de kolf gedurende 30 min afkoelen in een exsiccator.
- Weeg de kolf tot op 0.1 mg nauwkeurig (M).
- Bepaal de massa (m_2) van de lege monsterfles tot op 0.1 g nauwkeurig.

5.2 Procedureblanco

- Voer de hoger beschreven procedure uit uitgaande van een 1 liter blancowater (4.3.4.).
- **Bepaal met behulp van de onderstaande berekening het gehalte aan PE-extraheerbare stoffen. De blancowaarde mag niet meer bedragen dan 10 mg/l.**

Opmerking: indien hieraan niet voldaan is kan het nodig zijn de reagentia te zuiveren. Petroleumether kan voor gebruik bijvoorbeeld gedistilleerd worden en/of gefiltreerd over een 0.45 μm filter. Na_2SO_4 kan voorgespoeld worden met petroleumether gevolgd door uitgloeien bij 600 °C.

6 BEREKENING

Bereken het gehalte aan PE-extraheerbare stoffen in mg/l met volgende formule:

$$C = \frac{1000 \times (M - M_{\text{tarra}})}{m_1 - m_2}$$

Hierbij zijn:

C	het gehalte aan extraheerbare stoffen (mg/l)
M	het gewicht van de gedroogde indampkolf (g)
M_{tarra}	het tarragewicht van de indampkolf (g)
m_1	het gewicht van de gevulde monsterfles (kg)
m_2	het gewicht van de lege monsterfles (kg)

De resultaten bekomen voor de stalen worden gecorrigeerd met de blanco waarde.

7 KWALITEITSCONTROLE

7.1 Procedureblanco

Een procedureblanco wordt minstens éénmaal per analysereeks gemeten. **De waarde voor de procedureblanco mag niet meer dan 10 mg/l bedragen.**

7.2 Controlemonster

Op regelmatige basis wordt een controlemonster met gekende concentratie aan PE-extraheerbare stoffen gemeten. Het controlemonster kan bereid worden door blancowater te doperen met een niet-vluchtige olie. De gemeten waarde mag maximaal driemaal de standaardafwijking afwijken van het gemiddelde van vroegere bepalingen. De gemeten waarden worden bijgehouden in een controlekaart.

Bij gebrek aan een controlemonster kan men alternatief een duplicaatanalyse uitvoeren. In het laatste geval mogen de bekomen waarden maximaal 20% van mekaar verschillen.

8 REFERENTIES

- Standard methods, 19th edition 1995: 5520A-B Oil and grease.
- DIN 38409/H17 1981 Bestimmung von schwerflüchtigen, lipophilen Stoffen (Siedepunkte > 250 °C)