

## Sedimentgehalte

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de CMA/2/III/A van december 1991.

De beschreven methode laat de bepaling toe van het sedimentgehalte in afgewerkte olie door extractie met toluen.

## 2 PRINCIPE

Een representatief deelmonster van de olie wordt in een poreus kroesje gebracht en geëxtraheerd met toluen tot het residu een constante massa bereikt.

De residumassa, berekend als percentage, wordt gerapporteerd als sediment door extractie.

## 3 BELANGRIJKE OPMERKINGEN

Een deelmonster zal genomen worden na grondig mengen van het oorspronkelijke monster. Verwarm viskeuze monsters bij 40°C in een ultrasoonbad. Na homogenisatie onmiddellijk een deelmonster nemen voor analyse.

Bij aanwezigheid van hoge waterconcentraties (> 10 vol %) moet een wateropvangkopje onder de koelvinger geplaatst worden. Hierdoor wordt het water als zijn toluen-azeetroop in het waterkopje opgevangen, waar het water zich weer afscheidt als de onderste laag. De toluenlaag 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

4.1 extractieapparaat bestaande uit:

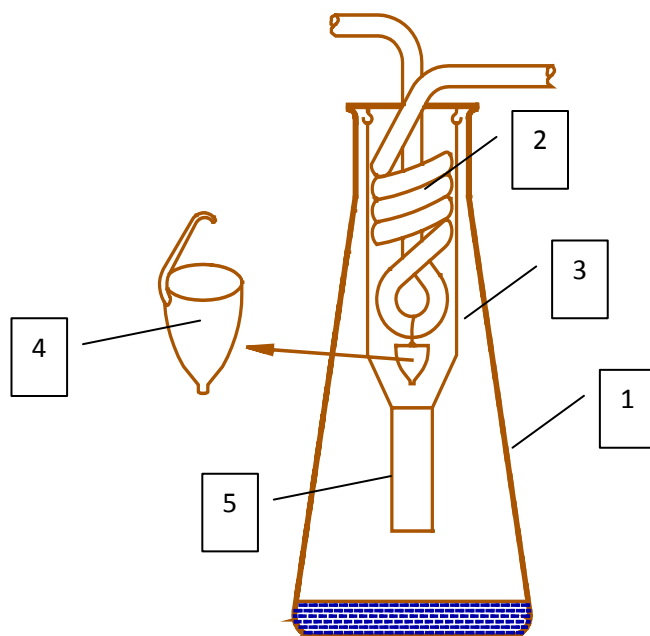
- extractierecipiënt: 1 liter erlenmeyer met brede hals (1)
- condenser: metalen koeling die de erlenmeyer afsluit en tevens de mogelijkheid biedt het waterkopje en het kroesje op te hangen (2)
- kroeshouder uit niet corroderend metaal (3)
- glazen waterkopje (konisch, 20 mm diameter, 25 mm diepte, 3 ml inhoud) (4)
- extractiekroes : refractair poreus kroesje (poriegrootte : P16, diameter 25 mm, hoogte : 70 mm) (5)

4.2 droogstoof op 115°C-120°C

4.3 verwarmplaat

4.4 exsiccator (zonder droogmiddel)

4.5 analytische balans, met een afleesnauwkeurigheid tot op 0,1 mg



**Figuur 1 : Extractietoestel voor de bepaling van het sedimentgehalte in olie**

## 5 REAGENTIA

5.1 Zuivere toluen

## 6 ANALYSEPROCEDURE

### 6.1 REINIGING VAN DE EXTRACTIEKROES

#### 6.1.1 REINIGING VAN EEN NIEUWE KROES

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 exsiccator (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.

#### 6.1.2 REINIGING VAN EEN GEBRUIKTE KROES

Voor routine analyses, kunnen de extractiekroezen hergebruikt worden. Hiertoe wordt de kroes tot gloeien verhit (in elektrische moffeloven bij 750 tot 1000°C) gedurende minimaal 60 minuten 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. Reinig de kroes na iedere extractie om interferentie van resterend sediment te elimineren bij een volgende bepaling. Voer op regelmatige tijdstippen (bv. om de 10 analyses) een blanco analyse uit van de gereinigde kroes om eventuele onvolkomenheden te achterhalen.

## 6.2 EXTRACTIE MET TOLUEEN

Ongeveer 10 g olie wordt in de poreuze kroes afgewogen (gewicht aflezen tot op 0,1 mg). Een bodem tolueen (150 tot 200 ml) wordt in het extractierecipiënt gebracht. Het kroesje en het waterkopje worden in het apparaat gehangen en vervolgens wordt de verwarmplaat aangezet. De extractiesnelheid wordt beïnvloed door de viscositeit van het oliemonster en is dus monsterafhankelijk. De extractiesnelheid en bijgevolg de warmteregeling dient zodanig ingesteld te worden dat het vloeistofoppervlak in de extractiekroes niet hoger komt dan 20 mm van de rand. Als leidraad kan gehanteerd worden dat het solvent met een snelheid van 1 druppel per seconde van het kroesje driipt.

Nadat het solvent dat van het kroesje driipt, kleurloos is geworden, wordt nog 30 minuten geëxtraheerd.

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).

Het bepalen van de noodzakelijke extractietijd kan op 2 wijzen geëvalueerd worden:

- herhaal de extractie waarbij het solvent 1 uur (hoogstens 1u 15 min.) van het kroesje driipt. 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 in tweevoud uitgevoerd en de procentuele relatieve standaard deviatie van het duplo analyseren wordt berekend volgens onderstaande formule:

$$RSD(\%) = \frac{\sqrt{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2}}{\bar{x}} \cdot 100$$

De volgende beoordeling van de duplo analyseren kan doorgevoerd worden:

- indien het sedimentgehalte gesitueerd is tussen 0,25 en 1 m/m% en de procentuele relatieve standaard deviatie van de duplo analyseren is:
  - groter dan 15 %: hermeting noodzakelijk
  - kleiner dan 15 %: analyse voldoet
- indien het sedimentgehalte kleiner is dan 0,25 of hoger is dan 1 m/m% en de procentuele relatieve standaard deviatie van de duplo analyseren is
  - groter dan 30 %: hermeting noodzakelijk
  - kleiner dan 30 %: analyse voldoet

Duplo analyseren vormen een uitstekend middel om te controleren of de gehanteerde extractieduur volstaat. Uiteenliggende resultaten kunnen een aanduiding zijn dat de toegepaste extractietijd te kort is en dat de extractietijd moet verlengd worden.

Bij analyse van monsters met een hoog watergehalte (> 10 vol%) moet in het extractietoestel een wateropvangkopje opgehangen worden (zie figuur 1).

## 7 BEREKENINGEN

Het resultaat wordt uitgedrukt in massa % sediment (tot op 0,01%).

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

## 8 FOUTBRONNEN

De meest voorkomende foutenbronnen bij de bepaling van het sedimentgehalte in olie zijn:

- geen representatieve deelbemonstering omwille van slechte homogenisatie van het oorspronkelijke oliemonster;
- foutieve kroezen: porositeit is niet in overeenstemming met de voorschriften;
- vervuilde kroezen: bij hergebruik van de kroezen kunnen restanten van voorgaande analyses de poriën verstoppen. Reinig de kroezen zoals voorgeschreven en voer op regelmatige tijdstippen (bv. om de 10 analyses) een blanco meting uit;
- de extractieduur is te kort waardoor het extractierendement van de olie uit het sediment onvoldoende is en het sedimentgehalte wordt overschat;
- hergebruik van toluen bemoeilijkt het vaststellen van het eindpunt van de extractie en wordt bijgevolg afgeraden.

## 9 VEILIGHEID

Tolueen,  $C_6H_5CH_3$

R : 11-20

S : 16-29-33

- licht ontvlambaar
- schadelijk !

## 10 REFERENTIE

- NBN EN ISO 3735 (1999) : Ruwe aardolie en vloeibare brandstoffen – Bepaling van het bezinksel – Extractiemethode.
- ASTM D473-81 (Reapproved 1995): Standard Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method