

## Bepaling van tetrachlooretheenextraheerbare stoffen in water met IR-spectrofotometrie

## INHOUD

<b>1</b>	<b>TOEPASSINGSGEBIED</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>OPMERKINGEN</b>	<b>3</b>
<b>4</b>	<b>APPARATUUR EN MATERIAAL</b>	<b>4</b>
4.1	<i>Apparatuur</i>	4
4.2	<i>Materiaal</i>	4
<b>5</b>	<b>REAGENTIA en OPLOSSINGEN</b>	<b>4</b>
5.1	<i>Reagentia</i>	4
5.2	<i>Oplossingen</i>	5
<b>6</b>	<b>PROCEDURE</b>	<b>5</b>
6.1	<i>Monsterextractie</i>	5
6.2	<i>Bepaling van het gehalte aan TCE-extraheerbare stoffen</i>	6
6.2.1	Blancobepaling	6
6.2.2	Controle van de juistheid van de extinctiemetingen	6
6.2.3	Procedureblanco	6
6.2.4	Meting van het staal	7
6.3	<i>Bepaling van het gehalte aan TCE-extraheerbare apolaire stoffen</i>	7
6.3.1	Zuivering van het monsterextract door schudden met florisil	7
6.3.2	Zuivering van het monsterextract op een florisilkolom	7
6.3.3	Controle van de goede werking van het apparaat	7
6.3.4	Procedureblanco	8
6.3.5	Meting van het staal	8
<b>7</b>	<b>BEREKENING</b>	<b>8</b>
7.1	<i>Berekening van het gehalte aan extraheerbare stoffen</i>	8
7.2	<i>Bepaling van het gehalte aan apolaire extraheerbare stoffen</i>	9
<b>8</b>	<b>KWALITEITSCONTROLE</b>	<b>9</b>
8.1	<i>Controle van de solventkwaliteit</i>	9
8.2	<i>Controle van de kwaliteit van florisil</i>	9
8.3	<i>Extinctiecoëfficiënten voor de hexadecaanoplossing</i>	9
8.4	<i>Procedureblanco</i>	10
8.5	<i>Controlemonster</i>	10
<b>9</b>	<b>REFERENTIES</b>	<b>10</b>
	<b>BIJLAGE A : IR-absorptiespectrum van een met minerale olie verontreinigd waterstaal</b>	<b>11</b>

## 1 TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure **vervangt procedure WAC/IV/B/026 van januari 2013** en beschrijft een methode voor de kwantitatieve bepaling van met tetrachlooretheen (TCE) extraheerbare organische verbindingen in water met behulp van infraroodspectrometrie. De procedure is van toepassing voor de bepaling van olie van dierlijke, plantaardige en minerale oorsprong in oppervlaktewater, grondwater, drinkwater en afvalwater.

Onder *met tetrachlooretheenextraheerbare stoffen* wordt verstaan het geheel van verbindingen die met tetrachlooretheen uit water 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 tetrachlooretheenextraheerbare stoffen dekt de in de milieuwetgeving voorkomende termen "oliën en vetten", "chloroform extraheerbare stoffen", "opgeloste koolwaterstoffen" en "geëmulgeerde koolwaterstoffen".

Onder *met tetrachlooretheenextraheerbare apolaire stoffen* wordt verstaan het geheel van verbindingen die met tetrachlooretheen uit water extraheerbaar zijn, die niet adsorberen aan florasil 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 tetrachlooretheenextraheerbare apolaire stoffen dekt de in de milieuwetgeving voorkomende termen "perchloorethyleen extraheerbare apolaire stoffen", "met  $\text{CCl}_4$  extraheerbare stoffen", "alifatische en naftische koolwaterstoffen" en "minerale oliën".

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

## 2 PRINCIPE

Het staal wordt onderworpen aan een vloeistof-vloeistof extractieprocedure met tetrachlooretheen.

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 apolaire verbindingen wordt aan het extract eerst florasil toegevoegd om de polaire stoffen te verwijderen, waarna op analoge wijze als hierboven beschreven een infraroodspectrum opgenomen wordt.

## 3 OPMERKINGEN

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

fosgeen. Bij gebruik van tetrachlooretheen dienen de nodige beschermmaatregelen genomen te worden zoals een goede ventilatie en het dragen van handschoenen.

- 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 vormen van verontreiniging. De herkomstbepaling dient gaschromatografisch te gebeuren.

## 4 APPARATUUR EN MATERIAAL

### 4.1 APPARATUUR

- 4.1.1. Infrarood spectrofotometer, dubbelstraal of FTIR
- 4.1.2. Schudmachine of magnetische roerder voor de uitvoering van de extractie
- 4.1.3. Centrifuge, geschikt voor centrifugeren van 100 ml centrifugeerbuizen
- 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
- 4.2.4. Centrifugebuizen van 100 ml, afsluitbaar.
- 4.2.5. Afsluitbare kwartskuvetten, geschikt voor IR-metingen, met een optische weglengte van 1 en 4 cm
- 4.2.6. Glasvezelfilter of papierfilter (zwartband). Glasvezelfilters worden voor gebruik gedurende 3 u gegloeid bij 500°C

## 5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

### 5.1 REAGENTIA

- 5.1.1. Tetrachlooretheen (TCE),  $C_2Cl_4$ : geschikt voor IR-analyse.  
*Opmerking:*  
Tetrachlooretheen bevat een stabilisator (gewoonlijk N-methylmorpholine), die IR-licht absorbeert en voor gebruik uit het oplosmiddel moet verwijderd worden. Men schudt met dit doel 1 l TCE met 10 g geactiveerde florisil (zie hieronder) gedurende 30 min. De bruikbaarheid van tetrachlooretheen wordt gecontroleerd door het infraroodspectrum op te nemen van 3200 tot 2700  $cm^{-1}$  in een cuvet met een weglengte van 1 cm t.o.v. een gelijke lege cuvet. Tetrachlooretheen is bruikbaar indien de transmissie in het gebied van 3030 tot 2925  $cm^{-1}$  groter is dan 74 %.
- 5.1.2. Natriumchloride, NaCl:
- 5.1.3. Zoutzuur, HCl: geconcentreerd
- 5.1.4. Natriumsulfaat,  $Na_2SO_4$ : watervrij. Een geopende verpakking wordt bewaard in een droogoven bij 105°C

5.1.5. Dodecaanzuur: minstens 98% zuiver

5.1.5. Florisil, magnesium silicaat: 60-100 mesh, geactiveerd. Een geopende verpakking wordt bewaard in een exsiccator.

~~5.1.6. n-hexadecaan: minstens voor 98% zuiver~~

## 5.2 OPLOSSINGEN

5.2.1. Controle kwaliteit Florisil:

De kwaliteit van het gebruikte florisil wordt gecontroleerd door aan 40 ml van een oplossing van 2 g dodecaanzuur (5.1.5.) in 1000 ml tetrachlooretheen (5.1.1.) 3 g florisil (5.1.5.) toe te voegen en het geheel gedurende 30 minuten te schudden. De oplossing moet na decanteren en meten met een cuvet van 10 mm in het gebied van  $3030\text{ cm}^{-1}$  tot  $2925\text{ cm}^{-1}$  minimaal 95% transmissie vertonen. Indien de transmissie kleiner is dan dient de florisil opnieuw geactiveerd te worden door gedurende 16 u te verhitten bij  $140^\circ\text{C}$ . De laagdikte bij verhitten mag niet groter zijn dan 0.5 cm. Men laat afkoelen in een exsiccator.

~~5.2.2. Hexadecaanoplossing~~

~~Los exact 180 mg n-hexadecaan (5.1.6.) op in 1000 ml tetrachlooretheen (5.1.1.). De tetrachlooretheen werd voorafgaandelijk behandeld met florisil (5.1.5.).~~

## 6 PROCEDURE

### 6.1 MONSTEREXTRACTIE

- Bepaal de massa m1 van de gevulde monsterfles tot op 1 g nauwkeurig.
- Open de monsterfles, voeg per 900 ml monster 15 g natriumchloride (5.1.2.) toe en breng voor zover dit nog niet gebeurd is de zuurgraad van de inhoud met zoutzuur (5.1.3.) op pH 2.
- Voeg 20 ml tetrachlooretheen (5.1.1.) toe en sluit de fles. Wanneer geen mogelijkheid bestaat om nog bijkomend vloeistof toe te voegen, wordt de inhoud van de fles overgegoten in een scheidrecther (4.2.2.) en wordt de fles nagespoeld met 20 ml tetrachlooretheen (5.1.1.), waarna de tetrachlooretheen overgebracht wordt naar de scheidrecther.
- Monsterfles of scheidrecther worden gedurende 30 min geschud op een schudtoestel (4.1.2.). Alternatief kan men de inhoud van de monsterflessen roeren met behulp van een magnetische roerder. De inhoud van de monsterfles wordt nadien overgebracht naar een scheidrecther.
- Men laat de vloeistoffen ontmengen en scheidt de tetrachlooretheen af. Treedt emulsievorming op dan wordt de tetrachlooretheen samen met de emulsie opgevangen in een centrifugeerbuis (4.2.4.) en wordt het geheel gedurende 3 min gecentrifugeerd bij 2000 toeren. De bovenstaande waterfase wordt daarna zo goed mogelijk met behulp van een pipet verwijderd en opnieuw aan het watermonster in de scheidrecther toegevoegd. Voor het breken van de emulsie kan men alternatief het mengsel opkoken of invriezen. Indien de afgescheiden TCE laag nog een belangrijke hoeveelheid water bevat dan kan men dit water verwijderen door toevoegen van  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .
- De monsterfles wordt gespoeld met een tweede hoeveelheid tetrachlooretheen (5.1.1.) en de extractie wordt op analoge wijze herhaald. Men laat de monsterfles gedurende 5 min uitlekken en bepaalt het lege gewicht m2.

- De verzamelde extracten worden afgefilterd op een glasvezel of papierfilter (4.2.6.) die 3 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (5.1.4.) bevat en het extract wordt opgevangen in een maatkolf van 50 ml (4.2.1.).
- De filter wordt nagespoeld met enkele ml tetrachlooretheen (5.1.1.) en men lengt aan tot aan de maatstreep ofwel bepaalt men het gewicht van de extractievloeistof en hieruit het volume tetrachlooretheen ( $d = 1.623 \text{ g/ml}$ )

## 6.2 BEPALING VAN HET GEHALTE AAN TCE-EXTRAHEERBARE STOFFEN

### 6.2.1 BLANCOBEPALING

- Vul een 1 cm cuvet met tetrachlooretheen (5.1.1.), die behandeld werd met florisil (5.1.5.).
- Meet met deze cuvet als referentie het spectrum van de monstercuvet, die eveneens met florisil behandeld tetrachlooretheen bevat, van 3200 tot 2700  $\text{cm}^{-1}$ . De transmissie dient over dit traject 100 % te bedragen, met een toegelaten afwijking van 2 %. Bij opname van een absorptiespectrum is de toegelaten afwijking t.o.v. de nullijn 0.008.

#### 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 uitsluitsel geven.

### ~~6.2.2 — CONTROLE VAN DE JUISTHEID VAN DE EXINCTIEMETINGEN~~

~~—Vul een cuvet van 1 cm met de hexadecaanoplossing (zie boven)~~

~~—Plaats deze in de lichtweg van de spectrometer en neem met zuiver tetrachlooretheen (5.1.1.) als referentie het spectrum op van 2700 tot 3200  $\text{cm}^{-1}$ . Bepaal de absorbantiemaxima bij ca. 2925 en 2958  $\text{cm}^{-1}$  en bereken hieruit de twee extinctiecoëfficiënten. De berekende waarden moeten gelegen zijn tussen 4.3 en 4.9  $\text{ml}/(\text{mg}\cdot\text{cm})$  en 1.4 en 1.7  $\text{ml}/(\text{mg}\cdot\text{cm})$ .~~

~~—Opmerking:~~

~~—Afwijkingen die groter zijn kunnen te wijten zijn aan 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.~~

~~—Opmerking:~~

~~—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.~~

### 6.2.3 PROCEDUREBLANCO

- Voer de hoger beschreven extractie uit met zuiver tetrachlooretheen (5.1.1.) uitgaande van een blancowater
- ~~Neem op analoge wijze als voor de hexadecaanoplossing (5.2.2.) het infraroodspectrum van de procedureblanco op~~
- Trek een basisrechte die de absorbanties bij 3100  $\text{cm}^{-1}$  en 2800  $\text{cm}^{-1}$  verbindt (zie spectrum in bijlage) en bepaal de absorbantiemaxima bij ca. 2925  $\text{cm}^{-1}$ , 2958  $\text{cm}^{-1}$  en 3030  $\text{cm}^{-1}$  t.o.v. deze basisrechte. Bepaal met behulp van de onderstaande berekening het gehalte aan extraheerbare stoffen. De blancowaarde bedraagt, wanneer de analyse in voldoende zuivere omstandigheden wordt uitgevoerd, niet meer dan 0.2 mg/l. De resultaten bekomen voor de stalen worden niet gecorrigeerd met de blancowaarde.

#### 6.2.4 METING VAN HET STAAL

- Bepaal op analoge wijze als beschreven voor de procedureblanco de absorptiewaarden voor het tetrachlooretheenextract van het waterstaal.
- Wordt bij één van de bovenstaande golfgetallen een overschrijding van de absorptiewaarde van 0.8 vastgesteld dan moet het extract verdund worden. De verdunningsfactor  $f_1$  wordt genoteerd.
- Bedragen de absorpties minder dan 0.1 dan kan gebruik gemaakt worden van 40 mm cuvetten.

#### 6.3 BEPALING VAN HET GEHALTE AAN TCE-EXTRAHEERBARE APOLAIRE STOFFEN

##### 6.3.1 ZUIVERING VAN HET MONSTEREXTRACT DOOR SCHUDDEN MET FLORISIL

- Bepaal het gewicht van het tetrachlooretheenextract ( $m_3$ ).
- Voeg aan het tetrachlooretheen extract 3 g florisil (5.1.5.) toe en schudt het geheel krachtig gedurende 30 minuten.
- Filtreer de oplossing over een zwartband- of glasvezelfilter (4.2.6.) en vang het filtraat op in een vooraf gewogen erlenmeyer voorzien van een glazen stop (4.2.1.).
- Spoel de 50 ml maatkolf en de filter na met enkele ml tetrachlooretheen (5.1.1.), voeg deze bij het filtraat in de erlenmeyer en weeg het geheel.
- Bepaal de totale massa  $m_4$  van de oplossing en hieruit de verdunningsfactor  $f_2$  als zijnde de verhouding  $m_4/m_3$ .

Is de bovenstaande vloeistof na schudden met florisil en bezinken volledig helder dan kan de filtratiestap weggelaten worden en wordt van de bovenstaande vloeistof rechtstreeks een hoeveelheid overgebracht naar de meetcuvet (4.2.5.).  $f_2$  is dan gelijk aan 1.

Opmerking:

De adsorptiecapaciteit van florisil bedraagt ca. 40 mg/g. Bevat het tetrachlooretheenextract een belangrijke hoeveelheid polaire stoffen dan volstaat de bovenstaande zuiveringsstap niet en moet de zuiveringsstap herhaald worden tot men een constante waarde voor de absorptie 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.

##### 6.3.2 ZUIVERING VAN HET MONSTEREXTRACT OP EEN FLORISILKOLOM

Alternatief aan de bovenstaande zuiveringsstap kan men het tetrachlooretheenextract laten percoleren doorheen een kolommetje gevuld met 3 g florisil. Alleen de eerste 10 ml van het eluaat worden opgevangen en overgebracht naar de meetcuvet (4.2.5.).

$f_2$  is bij deze zuiveringsprocedure gelijk aan 1.

Opmerking:

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

##### 6.3.3 CONTROLE VAN DE GOEDE WERKING VAN HET APPARAAT

Controleer de goede werking van de infraroodspectrofotometer op analoge wijze als beschreven onder 6.2.1 en 6.2.2.

**6.3.4 PROCEDUREBLANCO**

- Voer de hoger beschreven extractie en florisilzuivering uit uitgaande van een blancowater.
- Meet de absorbanties voor de procedureblanco op de wijze beschreven onder 7.2.2.
- Bepaal met behulp van de onderstaande berekening het gehalte aan apolaire extraheerbare stoffen. De blancowaarde bedraagt, wanneer de analyse in zuivere omstandigheden wordt uitgevoerd, niet meer dan 0.2 mg/l. De resultaten bekomen voor de stalen worden niet gecorrigeerd met de blancowaarde.

**6.3.5 METING VAN HET STAAL**

Bepaal op analoge wijze als beschreven voor de procedureblanco de absorbantiewaarden voor het met florisil gezuiverde tetrachlooretheenextract van het waterstaal.

Wordt bij één van de bovenstaande golfgetallen een overschrijding van de absorbantiewaarde van 0.8 vastgesteld dan moet het extract verdund worden. De verdunningsfactor  $f_1$  wordt genoteerd.

Bedragen de absorbanties minder dan 0.1 dan kan gebruik gemaakt worden van 40 mm cuvetten.

**7 BEREKENING****7.1 BEREKENING VAN HET GEHALTE AAN EXTRAHEERBARE STOFFEN**

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

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

Hierbij zijn:

C	het gehalte aan extraheerbare stoffen, in mg/l
V	het volume van het verkregen extract, in ml
d	de dichtheid van het watermonster, in kg/l (dichtheid gelijkgesteld aan 1.00 kg/l)
l	de optische weglengte, in cm
$f_1$	verdunningsfactor bij overschrijding van een absorbantiewaarde van 0.8
$m_1$	de massa van de gevulde monsterfles, in g
$m_2$	de massa van de lege monsterfles, in g
$A_1$	de absorbantie bij 3030 $\text{cm}^{-1}$
$A_2$	de absorbantie bij 2958 $\text{cm}^{-1}$
$A_3$	de absorbantie bij 2925 $\text{cm}^{-1}$
$c_1$	de extinctiecoëfficiënt bij 3030 $\text{cm}^{-1}$ = 0.68 ml/(mg.cm)
$c_2$	de extinctiecoëfficiënt bij 2958 $\text{cm}^{-1}$ = 5.2 ml/(mg.cm)
$c_3$	de extinctiecoëfficiënt bij 2925 $\text{cm}^{-1}$ = 3.9 ml/(mg.cm)

De waarden  $c_1$ ,  $c_2$  en  $c_3$  zijn experimenteel vastgelegd uitgaande van een aantal minerale olie producten.

Rond de uitkomst af op twee significante cijfers, voor zover het gehalte groter is dan 0.2 mg/l.

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



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

## 7.2 BEPALING VAN HET GEHALTE AAN APOLAIRE EXTRAHEERBARE STOFFEN

Bereken het gehalte aan apolaire extraheerbare stoffen in mg/l met de formule :

$$C = \frac{1000 \cdot d \cdot V \cdot f_1 \cdot f_2}{(m_1 - m_2) \cdot l} \cdot \left( \frac{A_1}{c_1} + \frac{A_2}{c_2} + \frac{A_3}{c_3} \right)$$

Hierbij zijn:

- C het gehalte aan apolaire extraheerbare stoffen, in mg/l
- V het volume van het verkregen extract, in ml
- d de dichtheid van het watermonster, in kg/l (dichtheid gelijkgesteld aan 1.00 kg/l)
- l de optische weglengte, in cm
- f<sub>1</sub> verdunningsfactor bij overschrijding van een absorptiewaarde van 0.8
- f<sub>2</sub> de verdunningsfactor na toepassing van de florisilzuiveringsstap
- 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 absorptie bij 3030 cm<sup>-1</sup>
- A<sub>2</sub> de absorptie bij 2958 cm<sup>-1</sup>
- A<sub>3</sub> de absorptie 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 0.2 mg/l.

Het relatieve gehalte aan aromatische koolwaterstoffen kan op analoge wijze als onder 7.1 berekend worden en als bijkomende informatie aan de klant meegedeeld worden.

## 8 KWALITEITSCONTROLE

### 8.1 CONTROLE VAN DE SOLVENTKWALITEIT

Van elk nieuw lot tetrachlooretheen dat begonnen wordt wordt de kwaliteit van de tetrachlooretheen gecontroleerd volgens de procedure beschreven onder 5.

### 8.2 CONTROLE VAN DE KWALITEIT VAN FLORISIL

Bij het openen van elke nieuwe verpakking wordt de activiteit van florisil getest volgens de procedure beschreven onder 5. Voor florisil die in de exsiccator bewaard wordt gebeurt de controle op regelmatige basis.

### 8.3 EXTINCTIECOËFFICIËNTEN VOOR DE HEXADECANAANOPLOSSING

~~Bij elke analysereeks wordt de goede werking van het apparaat gecontroleerd volgens de procedure beschreven onder 6.2.1 en 6.2.2.~~

#### 8.4 PROCEDUREBLANCO

Een procedureblanco wordt minstens éénmaal per analysereeks gemeten. De waarde voor de procedureblanco mag niet meer dan 5 % bedragen van het gehalte teruggevonden voor de monsters of, voor monsterwaarden kleiner dan 10 maal de rapportagedetectielimiet, dient kleiner te zijn dan de helft van de gevraagde rapportagedetectielimiet.

#### 8.5 CONTROLEMONSTER

~~Op regelmatige basis wordt een controlemonster met gekende concentratie aan koolwaterstoffen gemeten. 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 controlestandaard (d.i. een oplossing van een gekende hoeveelheid minerale olie in tetrachlooretheen) analyseren of een duplicaatanalyse uitvoeren. In het laatste geval mogen de bekomen waarden maximaal 20% van mekaar verschillen.~~

Minstens éénmaal per analysereeks wordt een controlemonster met gekende concentratie aan koolwaterstoffen geanalyseerd. 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.

## 9 REFERENTIES

- NEN 6675: 1989; Bepaling van het gehalte aan minerale olie met behulp van infrarood spectrofotometrie
- NBN T91-502: 1977; Bepaling van koolwaterstoffen door infrarood spectrofotometrie
- VITO: 1995; Ringonderzoek m.b.t. de infraroodbepaling van minerale olie in water en bodem met perchlooretheen als extractievloeistof, MIE-DI-95-25
- EPA 418.1: 1993; Petroleum Hydrocarbons, Total Recoverable

**BIJLAGE A: IR-ABSORPTIESPECTRUM VAN EEN MET MINERALE OLIE  
VERONTREINIGD WATERSTAAL**