

- 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.

6.3.2 CONTROLE VAN DE GOEDE WERKING VAN HET APPARAAT

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

6.3.3 PROCEDUREBLANCO

- Voer de hoger beschreven extractie en florisilzuivering uit uitgaande van een blancowater.
- Meet de absorbanties voor de procedureblanco op de wijze beschreven onder 6.2.2.
- 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.

6.3.4 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 moet** 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 absorptiewaarde 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 absorptie bij 3030 cm^{-1}
 A_2 de absorptie bij 2958 cm^{-1}
 A_3 de absorptie bij 2925 cm^{-1}
 c_1 de extinctiecoëfficiënt bij 3030 cm^{-1} = 0.68 ml/(mg.cm)
 c_2 de extinctiecoëfficiënt bij 2958 cm^{-1} = 5.2 ml/(mg.cm)
 c_3 de extinctiecoëfficiënt bij 2925 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_1 verdunningsfactor bij overschrijding van een absorptiewaarde van 0.8
 f_2 de verdunningsfactor na toepassing van de florisilzuiveringsstap
 m_1 de massa van de gevulde monsterfles, in g
 m_2 de massa van de lege monsterfles, in g
 A_1 de absorptie bij 3030 cm^{-1}
 A_2 de absorptie bij 2958 cm^{-1}
 A_3 de absorptie bij 2925 cm^{-1}
 c_1 de extinctiecoëfficiënt bij 3030 cm^{-1} = 0.68 ml/(mg.cm)
 c_2 de extinctiecoëfficiënt bij 2958 cm^{-1} = 5.2 ml/(mg.cm)
 c_3 de extinctiecoëfficiënt bij 2925 cm^{-1} = 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 5.2.1. Voor florisil die in de exsiccator bewaard wordt gebeurt de controle **minimaal maandelijks**.

8.3 PROCEDUREBLANCO

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

8.4 CONTROLESTANDAARD

Bepaal bij elke meetreeks de absorbanties voor de controlestandaard (5.2.2) en bereken hieruit het gehalte aan olie. De afwijking van de gemeten waarde t.o.v. de werkelijke waarde mag niet groter zijn dan 10%.

8.5 CONTROLEMONSTER

Minstens éénmaal per analysereeks wordt een controlemonster geanalyseerd. Addeer (via een wateroplosbaar solvent) aan een watermonster RIVM of een andere olie in een concentratie van bv. 2-5 mg/l en voer de bovenstaande procedure uit, al dan niet met inbegrip van de florisilzuivering afhv. de analysevraag. De terugvinding dient gelegen te zijn tussen 70% en 130%. De gemeten waarden worden geregistreerd in een controlekaart.

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**