

Fasescheiding

1 INLEIDING

Hieronder worden enkele technieken beschreven om een eventueel meerfasig laboratoriummonster te scheiden in zijn afzonderlijke fasen (vast, organische en waterige vloeistof). In een volgende stap worden dan de gehalten aan organische en anorganische parameters bepaald en teruggerekend naar het oorspronkelijke laboratoriummonster.

In eerste instantie wordt getracht om visueel de aard van de fase(n) vast te stellen, men kan dan de gewenste techniek kiezen.

Wanneer vluchtige verbindingen moeten bepaald worden, dient men een speciale voorbehandeling uit te voeren, waarbij men het verlies door vervluchtiging zoveel mogelijk moet beperken.

2 TECHNIEKEN

2.1 VAST-VLOEIBAAR

- Bezinken en decanteren
- Filtratie
- Centrifugatie

2.2 VLOEIBAAR-VLOEIBAAR

- Scheiding met een scheitrechter

2.3 VAST-VAST

- Manuele scheiding: in sommige gevallen wanneer het laboratoriummonster is samengesteld uit verschillende macroscopische fasen, kiest men ervoor een manuele scheiding (afzeven) van deze fasen uit te voeren, zeker als dit een verdere homogenisatie van de afzonderlijke fasen vergemakkelijkt (Zie ook CMA/2/II/A.11 'Stenen en bodemvreemde materialen').

3 WERKWIJZE

Het monster wordt in een gesloten pot geleverd. Om de verschillende fasen vast te stellen en van elkaar te scheiden moet het monster meestal eerst een aantal handelingen ondergaan. Eerst wordt getracht om visueel de aard van de fase(n) vast te stellen. Wanneer vluchtige verbindingen moeten bepaald worden, dan moet een speciale voorbehandeling uitgevoerd worden. Hierbij moet verlies door vervluchtiging zoveel mogelijk vermeden worden.

Zijn vluchtige verbindingen van weinig of geen belang, dan mag de monsterpot geopend worden. Als het monster niet uit één duidelijke fase bestaat, dan wordt met een maatcilinder of verdeelpipet geprobeerd om de aard van de verschillende fasen te achterhalen. Bestaat het staal uit één fase, dan mag de analyse gewoon uitgevoerd worden volgens de normen. Wanneer het monster uit meerdere fasen bestaat of indien dit niet echt duidelijk is, wordt het staal eerst

gecentrifugeerd. Bij aanwezigheid van een vaste fase, wordt deze van de vloeistoffase gescheiden door decantatie. Als de vloeistoffase is samengesteld uit meerdere fasen, dan worden deze gescheiden met behulp van een scheitrechter.

Wanneer na het centrifugeren echter geen duidelijke fasescheiding optreedt dan wordt het monster in zijn geheel gehomogeniseerd.

3.1 VLUCHTIGE VERBINDINGEN

Om verlies door vervluchtiging te vermijden moet de voorbehandeling in zo weinig mogelijk stappen gebeuren. Na openen van de pot moet het monster dan ook zo snel mogelijk opgewerkt en geanalyseerd worden.

Koel het monster tot 4°C, maar let er wel op dat een vloeibaar monster ook vloeibaar blijft. Voer het fase-onderzoek uit volgens punt 3.2, maar hou hierbij de monsterpot gesloten. Ga na of een fasescheiding nodig is. Neem indien nodig van elke fase een steekmonster of bewaar het steekmonster gekoeld in een volledig gevuld afgesloten monstervat.

3.2 VISUELE BEOORDELING AARD EN AANTAL FASEN

Bepaal visueel het aantal fasen van de inhoud van de gesloten monsterpot. Hou hiervoor indien nodig de pot schuin. Noteer de waarnemingen en vergelijk deze met de monsteromschrijving van de monsternemer.

Wanneer er sprake is van meer dan één vloeistoffase, dan worden deze gescheiden met een scheitrechter.

Bij aanwezigheid van een vaste en één of meerdere bovenstaande vloeistoffasen, moet getracht worden de fasen te scheiden door opeenvolgende centrifugatie en decantatie. Indien niet onmiddellijk kan uitgemaakt worden of de inhoud van de pot uit één of meerdere fasen bestaat, volg dan punt 3.3.

3.3 NADERE VISUELE BEOORDELING

Wanneer door de aard van het monster het aantal fasen niet vast te stellen is, of wanneer de monsterpot ondoorzichtig is, breng dan de volledige inhoud van de pot over in een maatcylinder. Als vaststaat dat het monster olie bevat, neem dan met een verdeelpipet of een glazen buis met een kleine diameter een steekmonster en veeg de buitenkant van de pipet of de glazen buis schoon. Beoordeel het monster in de maatcylinder of de pipet nu nogmaals visueel.

Bij aanwezigheid van meer dan één vloeistoffase, scheid deze dan met behulp van een scheitrechter.

Als er sprake is van een vaste fase en één of meer bovenstaande vloeistoffasen of als niet duidelijk is uit hoeveel fasen het staal bestaat, probeer de fasen dan met centrifugatie gevolgd door decantatie te scheiden.

3.4 FASENSCHEIDING MET CENTRIFUGE EN DECANTATIE

Na wegen wordt het hele monster (eventueel in delen) gecentrifugeerd. Dit gebeurt minimaal gedurende 10 minuten bij een zodanige rotatiefrequentie dat de radiale versnelling minimaal 1200 maal de zwaarteveldsterkte (g) bedraagt. Stel na het centrifugeren visueel de aard van de fase(n) vast.

Is er sprake van een vaste en één of meer bovenstaande vloeistoffasen, scheid de vloeistof dan af door te decanteren.

Meerdere vloeistoffasen worden gescheiden door vloeistof-vloeistofextractie met een scheitrechter.

Bij een niet duidelijke fasescheiding kan het staal eerst gehomogeniseerd worden, waarna de massa en het droge stof gehalte kan bepaald worden.

3.5 SCHEIDING VAN VLOEISTOFFASEN MET EEN SCHEITRECHTER

Breng de verschillende vloeistoffasen in een scheitrechter zonder de eventueel aanwezige afzonderlijke fasen te mengen. Om het ontmengen van de fasen te bespoedigen kan de scheitrechter opgewarmd worden met een haardroger of kan deze ondergedompeld worden in een ultrasoonbad. De fasen worden afzonderlijk afgelaten.

3.6 HOMOGENISEREN

Wanneer na centrifugatie geen zichtbare scheiding kan waargenomen worden, of als door de aard van het monster niet duidelijk is hoeveel fasen er aanwezig zijn, wordt het staal gehomogeniseerd door het gedurende 5 minuten met een staafmixer te mengen (bijvoorbeeld een ultraturax).

3.7 BEPALEN VAN MASSA EN DROOGREST

Bepaal van alle deelfasen de massa door wegen en de droogrest na het droogproces.