



DANSK
STANDARDISERINGSRÅD

Vandundersøgelse
Olie og fedt
Infrarødspektrofotometrisk metode

Determination of oil and grease in water - Infrared spectrophotometric method

DS—Rekommandation

DS/R 209

1. udg. April 1980
UDC 543.3

Side 1 (11)

Udarbejdet i samarbejde med Dansk Ingeniørforening.

Efter 3 års forløb skal denne DS-Rekommandation tages op til fornyet behandling med henblik på muligheden for godkendelse som Dansk Standard. Erfaringer fra rekommandationens anvendelse i praksis bedes derfor venligst meddelt Dansk Standardiseringsråd.

Denne rekommandation er i overensstemmelse med finsk standard SFS 3010, norsk standard NS 4753 og svensk standard SS 02 81 45.

1. Orientering og anvendelsesområde

Denne rekommandation beskriver en infrarødspektrofotometrisk (IR) metode til bestemmelse af ikke-flygtig olie og fedt i alle typer vand. Med metoden bestemmes enten totalindholdet af ikke-flygtig olie og fedt eller disse stofgrupper hver for sig (se afsnit 2-3). Ved denne metode medbestemmes i højere grad flygtige stoffer end ved den gravimetrisk metode, se DS/R 208, april 1980.

Mindste indhold der kan bestemmes ved metoden er 0,1 mg/l. (se 7.1)

Oploseligheden af olie og fedt i vand varierer fra betydeligt under 1 mg/l op til adskillige mg/l. Prøver, som indeholder dispergeret olie (olien er finfordelt ved hjælp af et overfladeaktivt stof) kan indeholde mere end 100 mg/l.

For at denne rekommandation skal kunne anvendes med god nøjagtighed og præcision kræves, at de søgte organiske stoffer er jævnt fordelte i prøven. Under forudsætning af, at hele den udtagne prøvemængde tages i brug ved analysen, kan et acceptabelt resultat dog opnås, selv om olien eller fedtet ikke er jævnt fordelt i prøven.

Til bestemmelse af gennemsnitskoncentrationen over en længere periode udtages ofte stikprøver, som sammenblandes til en blandingsprøve. Denne fremgangsmåde er uanvendelig ved olie- og fedtbestemmelse, fordi olie og fedt let fæstner sig på prøveudtagningsapparatet. Olie og fedt kan kun bestemmes ved stikprøver.

Den foreliggende metode, er ikke specifik for olie og fedt, men disse stofgrupper er definerede i henhold til metoden.

Olie og fedt kan fysisk - kemisk inddeles i to grupper: upolære og polære stoffer.

Den upolære gruppe omfatter bl.a. flertallet af de stoffer, som indgår i mineralolie, visse organiske opløsningsmidler, mineraloliedelen i smørefedt, petroleumbaserede vokser m.fl.

Den polære gruppe omfatter bl.a. animalsk og vegetabilsk fedt og fede olier (rapsolie m.fl.), den foræbede del af smørefedt, mælkefedt, glykoler samt mange organiske opløsningsmidler (alkoholer, ketoner m.fl.), humusstoffer, visse bestanddele i mineralolie (højmolekylære aromatiske forbindelser) og overfladeaktive stoffer. Det skal bemærkes, at for at kunne sige noget kvalitativt om de stoffer, som bestemmes i henhold til metoden (f.eks. om det er fedt eller ej) må resultatet af analysen sættes i relation til prøvens oprindelse.



2. Princip

Efter syretilsætning ekstraheres prøven med carbontetrachlorid, og ekstraktets IR-absorption måles ved bølgetallene 2960 cm^{-1} og 2925 cm^{-1} . Ved hjælp af søjlechromatografi gennem aluminiumoxid tilbageholdes polære stoffer på søjlen. Ved IR-spektrofotometri på gennemløbet, bestemmes upolære stoffer.

Absorptionen ved ovennævnte to bølgetal er erfaringsmæssigt et mål for stoffer der indeholder CH- , CH_2- , CH_3- . Absorptionen sammenlignes med en standardprøve.

Forskellen mellem totalindholdet af ekstraherbare stoffer og upolære stoffer er de polære stoffer.

Ved **olie og fedt** (totalindhold ekstraherbare stoffer) forstås det totale indhold af (organiske) stoffer, som kan ekstraheres fra prøven med carbontetrachlorid og som kan bestemmes kvantitativt ved IR-spektrofotometri.

Ved **olie** (upolære stoffer, mineralolie) forstås den fraktion af olie og fedt som opløst i carbontetrachlorid kan passere gennem en aluminiumoxidsøjle og som kan bestemmes kvantitativt ved IR-spektrofotometri.

Ved **fedt** (polære stoffer) forstås forskellen mellem olie og fedt (totalindhold ekstraherbare stoffer) og indholdet af olie (upolære stoffer).

3. Reagenser

Alle anvendte kemikalier skal være af analysekvalitet. Til fremstilling af reagenserne anvendes destileret eller demineraliseret vand.

3.1 Saltsyre, ca. 6 mol/l

Bland en volumendel koncentreret saltsyre, HCl , ($\rho = 1,19\text{ g/ml}$) med en volumendel vand.

3.2 Magnesiumchlorid

Magnesiumchlorid, MgCl_2 .

3.3 Aktivt kul

Kornstørrelse 0,5 - 1 mm. Analysekvalitet er ikke nødvendig. Anvendes kun til rensning af carbontetrachlorid (3.4).

3.4 Carbontetrachlorid

Carbontetrachlorid (tetrachlormethan) CCl_4 , uden infrarød absorption i området $3400 - 2500\text{ cm}^{-1}$.

En kvalitet opnået ved rensning med aktivt kul, kan i visse tilfælde anvendes. Til 1,5 - 2 liter carbontetrachlorid anvendes ca. 30 g aktivt kul (3.3).

Blandingen rystes ved hjælp af maskine, i en time i en skilletragt, hvorefter carbontetrachloridet filtreres gennem et papirfilter. Filtreringen skal udføres umiddelbart efter rystningen, da det har vist sig at forureninger, som adsorberedes på kullet, efter nogle timer på ny kan opløses i carbontetrachlorid.

Carbontetrachlorids kvalitet kontrolleres som angivet i pkt. 5.4.1. Se tillige fig. 3.

Bemærk! Følg nøje de sikkerhedsforskrifter m.m., som er anført i afsnit 5.3.

3.5 Natriumsulfat

Natriumsulfat, Na_2SO_4 , vandfri.

3.6 Aluminiumoxid

Aluminiumoxid, Al_2O_3 , neutral, aktivitetstrin 1 i.h.t. Brockman. Eget kornstørrelse er fraktionen 0,063 - 0,200 mm, svarende til 70 - 230 mesh ASTM.

Aluminiumoxid er hygroskopisk og skal opbevares i lukket beholder.

3.7 Standardblanding

Fremstil en blanding af 37,5 volumenprocent n-hexadekan ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$), 37,5 volumenprocent isooktan (C_8H_{18}) og 25 volumenprocent benzen (C_6H_6). 3,75 ml, 3,75 ml respektiv 2,50 ml af de tre væsker kan afmåles med målepipette og blandes i et prøverør eller glaskolbe med indslebet prop. Alternativt kan det stof eller den blanding af stoffer, som man ved findes i prøven, anvendes som standardblanding.

3.8 Kalibreringsopløsning, ca. 1 mg/ml

Afvej ca. 100 mg med en nøjagtighed på 0,1 mg af standardblandingen i en 100 ml målekolbe med indslebet glasprop. Fyld målekolben til mærket med carbontetrachlorid.

4. Apparatur

Alle glasvarer inklusive prøveudtagningsflasker skal være absolut rene, fremfor alt med hensyn til stoffer, som kan opløses i carbontetrachlorid. Efter afvaskning og omhyggelig skylning i destilleret eller demineraliseret vand tørres glasset. Skyl med carbontetrachlorid, og afdamp resten af denne. Opbevaring skal ske på et sted, hvor olie- eller fedtholdig luft ikke kan komme i kontakt med glasset. Slib, propper og haner må ikke smøres med hanefedt eller lignede midler.

4.1 Prøveudtagningsflasker

Til prøver med lave indhold af ekstraherbare stoffer (< 5 mg/l) bør kun anvendes glasflasker med indslebet prop. Passende størrelse er 1-2 liter. Til prøver med højere indhold kan der anvendes flasker med skruelåg, som er forsynet med indlæg af teflonfolie. Plastflasker er ikke egnede som prøveudtagningsflasker.

4.2 Skilletragte

Størrelsen afpasses efter prøverumfanget. Skilletragte med rumfang op til 2 liter anvendes, og det anbefales at anvende udførelse med teflonhane.

4.3 Chromatografisøjle

Søjlen bør være ca. 150 mm lang og have en indvendig diameter på ca. 10 mm. Den kan fremstilles af et glasrør, som trækkes ud til en spids i den ene ende. Se figur 1.

4.4 Glasuld

Korttrådet glasuld anbefales til filtrering (5.6.2) medens langtrådet glasuld er egnet til at bryde emulsioner (se 7.3 c). Inden anvendelsen skal glasulden skylles med carbontetrachlorid. Opbevar rengjort glasuld i lukket beholder.

4.5 Filtrerpapir

Munktell OOR, Whatman 31 eller tilsvarende (som alternativ til glasuldfilter).

4.6 Tragt til filtrering

For at mindske fordampningstab skal høje smalle tragte anvendes (tragtrør til glasfilterdigler), se fig. 2.