

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

Etablering af metode til måling af olie/fedt i spildevand - Forundersøgelse



Miljøstyrelsens Referencelaboratorium

Eablering af metode til måling af olie/fedt i spildevand - Forundersøgelse

Strandesplanaden 110
2665 Vallensbæk Strand

Tlf: 70 22 42 30
Fax: 70 22 42 55
E-mail: eurofins@eurofins.dk
Web: www.eurofins.dk

April 2004

Klient		Klientens repræsentant			
Miljøstyrelsen		Janne Forslund Lis Morthorst Munk			

Projekt		Projekt nr.			
Miljøstyrelsens Referencelaboratorium Eablering af metode til måling af olie/fedt i spildevand - Forundersøgelse		20089-19			
Forfattere		Dato			
Civilingeniør Nis Hansen		April 2004			
		Godkendt af			
		Ulla Lund			

x	Endelig Rapport	NH	UOL	UOL	
Revision	Beskrivelse	Udført	Kontrolleret	Godkendt	Dato

Nøgleord	Klassifikation
Analyse, spildevand, olie, fedt, total kulbrinter, hydrocarboner, forbehandling, oprensning, IR spektrometri	☒ Åben ☐ Intern ☐ Tilhører klienten

Distribution	Antal kopier
Miljøstyrelsen	10
Eurofins: NH, CH	2

INDHOLDSFORTEGNELSE

1	BAGGRUND	1
2	EKSISTERENDE VIDEN	3
2.1	Substitution med tetrachlorethylen	3
2.2	Oprensning med Al ₂ O ₃ og Florisil	4
3	LABORATORIEUNDERSØGELSER	5
3.1	Ekstraktionsudbytte	5
3.2	Oprensning med Al ₂ O ₃ og Florisil	6
4	RESULTATER OG VURDERINGER	7
4.1	Ekstraktionsudbytte	7
4.2	Oprensning med Al ₂ O ₃ og Florisil	8
5	KONKLUSION OG ANBEFALINGER TIL VIDERE ARBEJDE	9
6	REFERENCER	10

BILAG

A	FORSØGSPLAN	A1
B	LABORATORIEUNDERSØGELSE - RESULTATER	B1
C	ANALYSEMETODEN - MODIFIKATIONER OG KOMMENTARER	C1

1 BAGGRUND

Bestemmelse af olie/fedt i spildevand er hidtil sket med anvendelse af enten DS/R 208 (gravimetrisk bestemmelse) eller DS/R 209 (IR-fotometrisk bestemmelse). Begge metoder er trukket tilbage af Dansk Standard med den begrundelse, at de benytter tetrachlormethan som ekstraktionsmiddel. Tetrachlormethan og alternativt freon, der hidtil er anvendt af danske laboratorier, er ozonlagsnedbrydende stoffer, som ikke kan anvendes i henhold til Montreal-protokollen. Det er endvidere nu ikke mere muligt at opnå tilladelse til at købe de to opløsningsmidler, så laboratorierne er også derfor nødt til at finde en anden løsning.

Da de to metoder således ikke mere kan anvendes, har Miljøstyrelsen meldt ud med alternative løsninger til problemet.

Når der alene skal analyseres for mineralolie i spildevand har Miljøstyrelsen i Industrispildevandsvejledningen /1/ anbefalet brugen af enten DS/R 208 med udskiftning af ekstraktionsmidlet til pentan eller den nye ISO-metode, som nu foreligger som DS-metode (DS EN/ISO 9377-2 Gaskromatografisk bestemmelse af mineralsk olie). DS/R 208 (pentan) giver imidlertid et stort tab af flygtige komponenter som f.eks. motorbenzin, hvilket gør metoden uegnet til måling på spildevand fra tankstationer. Metoden i ISO 9377-2 giver kun et lille tab, men kan dog heller ikke anvendes til måling af benzin. Detektionsgrænserne er 2-5 mg/l for DS/R 208 (pentan) og 0,1 mg/l for ISO 9377-2.

Til bestemmelse af fedtfraktionen – dvs. vegetabilsk og animalsk olie/fedt – har Miljøstyrelsen i Vejledningen foreslået anvendelse af omtalte DS/R 208 (pentan).

Efterfølgende har Miljøstyrelsen skrevet til de danske kommuner og miljølaboratorier og kommet med supplerende anbefalinger /2/.

Det konstateres heri, at DS/R 208 (pentan) ikke altid kan anvendes til fedtholdigt spildevand fra fiskeindustrien og slagterier, idet der dannes en emulsion, som medfører en ufuldstændig faseadskillelse. Resultatet er en undervurdering af indholdet af fedt i prøven.

Som alternativ peger Miljøstyrelsen på en modifikation af IR-metoden i DS/R 209. Gennem de seneste år er mange laboratorier begyndt at anvende en modifikation af IR-metoden. Modifikationen består i at erstatte tetrachlormethan som ekstraktionsmiddel med tetrachlorethylen, som ikke er omfattet af Montreal-konventionen. Den modificerede metode har i stort omfang været anvendt til bestemmelse af udledningen af mineralolie med produceret vand fra off-shore-olieinstallationerne i Nordsøen.

Det er et generelt ønske, at den gravimetriske bestemmelse på længere sigt udfases som følge af det nævnte tab af flygtige komponenter. Samtidig er det heller ikke ideelt, hvis det er nødvendigt at anvende 2 analyser til bestemmelse af olie og fedt, hvor man hidtil har kunnet klare sig med 1 analyse.

Ved bestemmelsen af olie og fedt foretages i alle metoderne en adskillelse af olie og fedt ved en oprensning på en kolonne af aluminiumoxid eller Florisil. I de to danske metoder benyttes aluminiumoxid, og i ISO-metoden (DS EN/ISO 9377-2) benyttes Florisil til bestemmelse af mineralsk olie. Princippet er det samme - de mere polære komponenter (primært fedt) tilbageholdes på kolonnen, mens de upolære (primært

mineralolie) passerer kolonnen og måles i eluatet.

Tendensen i det internationale arbejde med disse metoder er, at Florisil benyttes fremfor aluminiumoxid. Dette betyder dog ikke, at der hersker fuld enighed om, at Florisil er det bedste materiale.

På denne baggrund har Referencelaboratoriet igangsat arbejdet med en modifikation af IR-metoden i DS/R 209. Undersøgelsen omfatter såvel brugen af tetrachlorethylen som ekstraktionsmiddel i stedet for tetrachlormethan, som brugen af Florisil i stedet for aluminiumoxid til oprensning af ekstraktet.

Hvis det viser sig muligt at dokumentere metodens anvendelighed på spildevand, vil man opnå den store fordel, at metoden fortsat vil kunne anvendes ved bestemmelse af såvel olie som fedt – som efter den tidligere DS/R 209.

Nærværende rapport indeholder først en sammenstilling af den eksisterende viden om brugen af tetrachlormethan og Florisil, dernæst resultaterne af en forundersøgelse i Referencelaboratoriets laboratorium.

2 EKSISTERENDE VIDEN

Der skal her beskrives erfaringer med substitution med tetrachlorethylen samt med brugen af Florisil og aluminiumoxid til oprensning.

2.1 Substitution med tetrachlorethylen

Inden for off-shore-sektoren benyttes olieanalyser til kontrol af indholdet af emulgeret olie i spildevand og især i såkaldt produceret vand. Det producerede vand er den vandige fase, der fremkommer efter fraktioneringen den oppumpede blanding i gas, olie og vand på off-shore-anlæg i Nordsøen. En kontrol af emulgeret olie er gennem årene blevet gennemført ved anvendelse af IR-metoden, og den fastlagte uledningsgrænse for det producerede vand er baseret på anvendelsen af IR.

På denne baggrund har der i off-shore-sektoren været et stort ønske om at fortsætte med IR som målemetode, samtidig med at der fortsat er et stort behov for disse målinger. Man har derfor tidligt påbegyndt arbejdet med at finde en erstatning for tetrachlormethan, og man er endt med at benytte tetrachlorethylen i stedet.

I off-shore-sektoren er der udelukkende behov for en metode til bestemmelse af mineralolie, hvorimod en bestemmelse af fedt ikke er aktuel. Den ønskede detektionsgrænse er omkring 0,1-1 mg/l for olie.

Især hollænderne har været ledende i indføring af tetrachlorethylen i IR-metoden, og denne metode benyttes i dag rutinemæssigt i Holland og andre lande omkring Nordsøen ved kontrollen af udlederkravene fra off-shore-installationerne. Parallelt med denne udvikling har der dog også været afsat EU-midler til udviklingen af den gaskromatografiske metode, som i dag foreligger som en EN/ISO-metode (DS EN/ISO 9377-2).

Også herhjemme har flere miljølaboratorier i de senere år arbejdet med anvendelsen af tetrachlorethylen efter en modificeret DS/R 209.

Steins Laboratorium A/S har gennemført en lang række parallelmålinger, hvor man har sammenlignet resultaterne fra anvendelsen af de to ekstraktionsmidler /6/. Der foreligger i alt 25 sæt målinger af olie+fedt og lige så mange af olie. Resultaterne er svingende, men giver som helhed en relativ god overensstemmelse, og resultaterne tyder ikke på en systematisk forskel på de to sæt resultater, idet tetrachlorethylen i gennemsnit giver de samme resultater som tetrachlormethan.

Også Eurofins Danmark A/S har gennemført undersøgelser, som viser det samme billede /7/.

Teknologisk Institut har gennemført en række undersøgelser med det formål at kunne bruge den reviderede metode ved analyse af drikkevand /6/. Disse undersøgelser har hidtil ikke givet positive resultater, idet det ikke har været muligt at købe en kvalitet af tetrachlorethylen, der giver en tilstrækkelig lav blindværdi til at detektionsgrænsen for drikkevand kunne opnås.

Det er så vidt vides heller ikke lykkedes for andre laboratorier at opnå en kvalitet af tetrachlorethylen, der er god nok til at den kan benyttes til analyse af drikkevand.

2.2 *Oprensning med Al₂O₃ og Florisil*

I de 2 DS-metoder – DS/R 208 og DS/R 209 – benyttes aluminiumoxid til separation af olie og fedt. Det tilsvarende gælder for nogle internationale metoder, mens andre metoder benytter Florisil.

Spørgsmålet om aluminiumoxid eller Florisil har således også været diskuteret i den ISO-arbejdsgruppe, der behandler det foreliggende metodeforslag til bestemmelse af mineralolie i jord /9/. Der foreligger fra tysk side en række resultater, uden at det dog har været muligt at drage sikre konklusioner af disse.

Det er dog blevet besluttet i ISO-arbejdsgruppen, at metoden fortsat benytter Florisil, idet der er en tendens til, at Florisil giver mere reproducerbare resultater end aluminiumoxid.

Ved udarbejdelsen af ISO-metoden er det også fra tysk side blevet undersøgt, om det er muligt at erstatte en oprensning på en Florisil-kolonne med en simpel omrystning af ekstraktet efter tilsætning af "en skefuld" Florisil. Dette ville være meget tidsbesparende i den praktiske brug af metoden.

Resultatet af denne undersøgelse peger på, at en omrystning med Florisil giver meget betydelige variationer i forhold til brugen af en oprensning på Florisil-kolonne. Dette skyldes formentlig, at der indstiller sig en anden ligevægt ved omrystningen. Specielt ved høje indhold giver dette store problemer pga. en dårlig udnyttelse af materialets adsorptionskapacitet.

Det er således ISO-arbejdsgruppens konklusion, at Florisil skal benyttes, og at oprensningen sker på en kolonne – svarende til i DS/R 209.

Også i Referencelaboratoriet har der været foretaget en undersøgelse af separation af olie og fedt på aluminiumoxid og Florisil /10/. Denne undersøgelse viste, at Florisil fjerner en større andel af nogle former for olie og fedt. Det har dog ikke været muligt at konkludere, om aluminiumoxid eller Florisil er det mest velegnede middel til separation af olie og fedt i analyser af spildevand.

3 **LABORATORIEUNDERSØGELSER**

På basis af den beskrevne viden er der i Referencelaboratoriet blevet gennemført en undersøgelse af IR-metoden.

Undersøgelsen har omfattet kontrollerede forsøg til vurdering af ekstraktionsudbytte med tetrachlorethylen og en sammenligning af aluminiumoxid og Florisil til separation af olie og fedt.

En sådan undersøgelse kan gennemføres enten på enkeltstoffer eller på produkter af olie og fedt. Enkeltstofferne udvælges i så fald, så de repræsenterer de forskellige klasser af komponenter, der i praksis kan forefindes i spildevand og kan måles som olie eller fedt.

Det er i denne undersøgelse besluttet at benytte produkter. Flere undersøgelser har benyttet enkeltstoffer, men resultaterne har været vanskelige at fortolke, og det vurderes, at anvendelse af produkter vil gøre undersøgelsen mere realistisk.

Ved undersøgelsen er benyttet 4 produkter:

Rapsolie
Fiskeolie
Svinefedt
Mineralolie

Rapsolien er indkøbt i et supermarked. Fiskeolien er modtaget fra en dansk fiskeindustri og svinefedt fra en dansk industri. Mineralolien er en standard fra BAM i Berlin og består af lige dele diesel og tungere motorolie.

Disse 4 produkter er spiket til rent vand. Der er spiket på to koncentrationsniveauer: 2 mg/L og 20 mg/L.

En beskrivelse af forsøgsplanen er vedlagt i bilag A.

Ved analysen af prøverne er disse randomiseret, og prøverne dermed kørt i tilfældig orden.

3.1 **Ekstraktionsudbytte**

Ved undersøgelse af ekstraktionsudbyttet giver IR-målingen det specielle problem, at de normalt anvendte opløsningsmidler til spikning giver absorption ved IR. Dette gælder for såvel acetone som methanol, som begge indeholder C-H-bånd fra CH_3 .

Det er derfor ikke muligt at benytte disse opløsningsmidler ved spikningen, og det er ikke lykkedes at finde frem til andre vandblandbare opløsningsmidler, som er egnede.

Det blev derfor besluttet at gennemføre spikning med selve ekstraktionsmidlet tetrachlorethylen. For at opnå den mest optimale spikning er der tilsat samme volumen (2 ml til de ca. 900 ml vand) til alle prøver, og efter spikning er blandingen rystet på rysteapparat i 15 minutter. Først derefter er der tilsat ekstraktionsmiddel som metoden foreskriver.

Der er lavet 4-dobbelt bestemmelse af ekstraktionsudbyttet på hver koncentration og hvert produkt.

3.2 *Oprensning med Al_2O_3 og Florisil*

Det er velkendt, at adsorptionen på de to kolonnematerialer i høj grad afhænger af deres vandindhold, og at et veldefineret vandindhold er afgørende på reproducerbarheden af separationen. For begge materialer blev det valgt at tørre dem natten over ved 105°C inden brug, idet dette vil kunne reproducere med en høj sikkerhed.

Efter den benyttede forsøgsplan er separationen gennemført som en dobbeltbestemmelse på hver koncentration og hvert produkt.

4 RESULTATER OG VURDERINGER

De samlede analyseresultater er anført i tabellen i bilag B. Alle resultater er her omregnet til den procentuelle genfinding.

Den procentuelle genfinding er benyttet vel vidende, at den kan være meget misvisende. Genfindingen vil ved en IR-analyse efter DS/R 209 være afhængig af såvel det pågældende produkt som af den benyttede kalibrering af IR-målingen. Dette skyldes, at IR-metoden er en såkaldt "arbitrær metode".

Ifølge DS/R 209 måles ved alkanbånd, hvilket f.eks. medfører, at alkaner og cycloalkaner giver høje respons, mens aromatiske kulbrinter giver meget lave respons. I DS/R 209 benyttes en kalibreringsblanding bestående af 37,5 vol.% hexadecan, 37,5 vol.% isooctan og 25 vol.% benzen. Dette medfører, at olier med et væsentligt indhold af oxygen-forbindelser vil blive underbestemt. Det samme vil gælde for mineralolier med et højt aromatindhold, men mineralolier med et højt alkanindhold vil blive overbestemt.

Dette mønster ses tydeligt i undersøgelsens resultater, hvor især fiskeolien viser lave værdier, mens mineralolien viser værdier over 100%.

4.1 Ekstraktionsudbytte

Resultaterne er anført i tabel 4.1, hvor gennemsnit og standardafvigelse er anført. En enkelt outlier er forkastet, idet den tydeligt skyldes en "kontaminering" med upolært materiale.

Tabel 4.1 Resultater for genfindingen af olie + fedt ved ekstraktion med tetrachlorethylen.

Produkt	Koncentration mg/L	Antal resultater	Genfinding, % Middel S_w	
Rapsolie	2,18	4	90,7	0,6
Rapsolie	21,8	4	89,4	1,1
Fiskeolie	2,07	3	72,7 *	0,7
Fiskeolie	20,7	4	72,7	0,5
Svinefedt	2,10	4	100	0,9
Svinefedt	21,0	4	100	1,3
Mineralolie	2,10	4	121	0,6
Mineralolie	21,0	4	122	0,9

* 1 outlier udelukket.

Som ovenfor omtalt ses her tydeligt effekten af den benyttede kalibrering. De her fundne afvigelser fra 100% betragtes som acceptable, idet de kan forklares ved kalibreringen. Resultaterne tyder således på, at genfindingen for alle 4 produkter er nær de 100%.

For alle produkterne er opnået meget lave S_w svarende til en meget høj repeterbarhed.

4.2 Oprensning med Al_2O_3 og Florisil

Resultaterne efter oprensningen på aluminiumoxid henholdsvis Florisil er anført i tabel 4.2. Der er foretaget dobbeltbestemmelse, og alle enkeltmålinger er anført. Den ovenfor omtalte outlier er også her forkastet.

Tabel 4.2 Resultater for oprensningen på aluminiumoxid og Florisil.

Produkt	Koncentration mg/L	Genfinding, % aluminiumoxid		Genfinding, % Florisil	
Rapsolie Rapsolie	2,18 21,8	-0,2 0,0	-0,1 0,0	0,1 0,0	0,0 0,0
Fiskeolie Fiskeolie	2,07 20,7	39,1 * 0,8	0,1 0,1	-0,1 0,3	-0,2 0,3
Svinefedt Svinefedt	2,10 21,0	-0,7 0,0	-0,1 0,0	-0,1 0,0	0,9 0,0
Mineralolie Mineralolie	2,10 21,0	119 119	121 119	118 119	119 120

* Outlier.

Det fremgår tydeligt, at der i denne undersøgelse ikke er forskel på anvendelse af aluminiumoxid og Florisil til separation af olie og fedt.

Det er også tydeligt, at undersøgelsen viser en meget éntydig separation mellem de afprøvede produkter. Af mineralolien frigives tilnærmelsesvis 100% fra kolonnen - i undersøgelsen er fundet 98%. De tre animalske og vegetabiliske produkter tilbageholdes alle 100% på kolonnen.

5 KONKLUSION OG ANBEFALINGER TIL VIDERE ARBEJDE

Såvel erfaringer fra udenlandske og flere danske laboratorier som den foretagne undersøgelse peger på, at ekstraktionsmidlet tetrachlormethan i DS/R 209 uden problemer kan erstattes med tetrachlorethylen.

Hvad angår kolonnematerialet til separationen af olie og fedt har der ikke i denne undersøgelse kunnet konstateres en forskel på brugen af aluminiumoxid og Florisil. Der er afprøvet 3 produkter inden for animalske og vegetabiliske fedtstoffer samt en blanding af to typer mineralolie. Der er for alle produkter opnået en meget skarp separation, idet fedtstofferne tilbageholdes 100% på kolonnen, mens mineralolien udvaskes 100% af kolonnen.

Det skal dog erindres, at undersøgelsen af ressourcemæssige årsager alene har omfattet spike-forsøg på rent vand.

Samlet giver forundersøgelsen anledning til følgende konklusioner:

- Ekstraktionsmidlet tetrachlormethan i DS/R 209 kan uden problemer erstattes med tetrachlorethylen.
- Såvel aluminiumoxid som Florisil synes anvendelige til separationen af olie og fedt.

Det må således anbefales at erstatte tetrachlormethan med tetrachloethylen ved IR-analysen på spildevand.

Ved valget mellem aluminiumoxid og Florisil anbefales det at lægge vægt på det internationale standardiseringsarbejde i ISO-komiteerne for jord- og vandanalyser. I begge komiteer er Florisil valgt som adsorptionsmiddel ved bestemmelsen af mineralolie, og det anbefales derfor at benytte Florisil.

Det anbefales endvidere at fremlægge resultaterne på en workshop om olie, således at laboratorierne får lejlighed til at kommentere og diskutere resultaterne.

Såfremt der på denne workshop er tilstrækkelig interesse for at deltage i en metodeafprøvning, anbefales det at en sådan arrangeres i Referencelaboratoriets regi. Det foreslås at indholdet i metodeafprøvningen tages op til diskussion på den omtalte workshop.

I bilag C er anført modifikationerne til DS/R 209 med kortfattede kommentarer. Såfremt en metodeafprøvning gennemføres skal metoden forinden foreligge i en samlet udgave.

6 *REFERENCER*

- /1/ Miljøstyrelsens vejledning Nr. 11 2002 – Tilslutning af industrispildevand til offentlige spildevandsanlæg.
- /2/ Brev fra Miljøstyrelsen til kommuner, miljøcentre og miljølaboratorier, 11. juni 2003.
- /3/ DS/R 208 Vandundersøgelse, olie og fedt, gravimetrisk metode, April 1980.
- /4/ DS/R 209 Vandundersøgelse, olie og fedt, infrarød spektrofotometrisk metode, April 1980.
- /5/ DS EN/ISO 9377-2 Vandundersøgelse – Mineralolie (hydrocarbon- olie-indeks) – Del 2: Væskeekstraktion og gaskromatografi, 1. udgave, Juli 2001.
- /6/ Resultater fra Steins indsendt til Miljøstyrelsen, 2003.
- /7/ Resultater fra Eurofins Danmark. Personlig meddelelse, 2003.
- /8/ T.I. Personlig meddelelse, 2003.
- /9/ ISO/DIS 16703 Soil Quality – Determination of hydrocarbon content in the range C₁₀-C₄₀ by gas chromatography.
- /10/ Olie + fedt i spildevand. Rapport fra Miljøstyrelsens Referencelaboratorium, marts 2002.

B I L A G

B I L A G A

Forsøgsplan

Forsøgsplan - IR-metode til olie/fedt i spildevand

Metode:

Modificeret DS/R209 – tetrachlormethan substitueret med tetrachlorethylen (TeCE).

Produkter:

Ved undersøgelsen benyttes 4 produkter af fedt eller olie:

- O - Rapsolie
- F - Fiskeolie
- S - Svinefedt
- M - Mineralolie = BAM blanding

Formål med undersøgelsen:

I undersøgelsen belyses:

1. Genfindingen ved ekstraktionen med tetrachlorethylen
2. Brugen af Al_2O_3 og Florisil til oprensning.

Da det ikke kan afvises, at oprensningen forløber forskelligt alt efter om der er vand i ekstraktet eller ej, vælges det at belyse oprensningen på ekstrakter fra syntetiske vandprøver. De to dele undersøges derved samtidig, hvilket også betyder en hurtigere afvikling af undersøgelsen.

Det er ikke muligt at finde et opløsningsmiddel til spikning af olierne til vand, uden at IR-målingen forstyrres totalt pga. CH_3 -bånd fra opløsningsmidlet. Derfor fremstilles olierne i TeCE, og denne opløsning benyttes ved spikningen til vand.

Omfang af undersøgelsen:

I undersøgelsen indgår følgende:

Af alle prøver fremstilles 4 ens prøver. Disse ekstraheres og måles ved IR. Der fås således en 4-dobbelt bestemmelse af olie/fedt-fraktionen.

Den ene halvdel af prøverne (=ekstrakterne) oprenses på søjle af Al_2O_3 , den anden halvdel på søjle af Florisil.

Der fås således en dobbeltbestemmelse af olie-fraktionen.

Alle produkter undersøges i 2 koncentrationer - 2 mg/L og 20 mg/L.

Hertil kommer 2 blindprøver, én til Al_2O_3 og én til Florisil.

Dette giver følgende forsøgsplan med prøverne anført ved P nr.:

Produkt	Konc. mg/L	Al ₂ O ₃	Florisil
-	0	P1	P2
O	2	P3 + P4	P5 + P6
O	20	P7 + P8	P9 + P10
F	2	P11 + P12	P13 + P14
F	20	P15 + P16	P17 + P18
S	2	P19 + P20	P21 + P22
S	20	P23 + P24	P25 + P26
M	2	P27 + P28	P29 + P30
M	20	P31 + P32	P33 + P34

Ved fremstillingen af prøverne randomiseres de, så analyseringen udføres i randomiseret orden.

Prøvefremstilling:

Der fremstilles stamopløsningerne af hvert produkt i TeCE. Til opløsning A afvejes ca. 0,5000 g, som opløses i 50 ml TeCE.
Konc. af opl. A: ca. 10 g/L.

Opløsning B fremstilles ved fortynding af 5 ml opl. A til 50 ml med TeCE.
Konc. af opl. B: ca. 1 g/L.

Disse opløsninger benyttes som spike opløsninger ved spikning af prøverne.
Til niveau 2 mg/L spikes med 2 ml opl. B.
Til niveau 20 mg/L spikes med 2 ml opl. A.

Der benyttes 900 ml ledningsvand til hver prøve.
Spike opløsningen sættes til vandet, og der rystes på rysteapparat i 15 minutter.
Derefter tilsættes 50 ml ekstraktionsmiddel (TeCE), og analysen fortsættes som normalt.
På IR måles både total (upolær + polær) og upolær fraktion.

NH

B I L A G B

Laboratorieundersøgelse - resultater

Laboratorieundersøgelse – resultater

Produkt	Koncentration mg/L	Oprensning	Olie + fedt Genfinding %		Olie Genfinding %	
Rapsolie	2,18	Aluminiumoxid	91,3	90,1	-0,2	-0,1
Rapsolie	2,18	Florisil	90,3	91,1	0,1	0,0
Rapsolie	21,8	Aluminiumoxid	88,3	89,4	0,0	0,0
Rapsolie	21,8	Florisil	90,8	88,9	0,0	0,0
Fiskeolie	2,07	Aluminiumoxid	134	71,9	39,1	0,1
Fiskeolie	2,07	Florisil	72,9	73,3	-0,1	-0,2
Fiskeolie	20,7	Aluminiumoxid	72,1	72,9	0,8	0,1
Fiskeolie	20,7	Florisil	72,5	73,3	0,3	0,3
Svinefedt	2,10	Aluminiumoxid	99,4	101	-0,7	-0,1
Svinefedt	2,10	Florisil	100	101	-0,1	0,9
Svinefedt	21,0	Aluminiumoxid	98,6	101	0,0	0,0
Svinefedt	21,0	Florisil	99,2	101	0,0	0,0
Mineralolie	2,10	Aluminiumoxid	122	122	119	121
Mineralolie	2,10	Florisil	121	121	118	119
Mineralolie	21,0	Aluminiumoxid	121	122	119	119
Mineralolie	21,0	Florisil	121	123	119	120

B I L A G C

Analysemetoden – Modifikationer og kommentarer

Analysemetoden - Modifikationer og kommentarer

Metoden i DS/R 209 modificeres på følgende punkter:

1. Ekstraktionsmidlet tetrachlormethan erstattes med tetrachlorethylen.

Idet det næppe lader sig gøre at indkøbe tetrachlorethylen i den nødvendige renhed til IR-målingen, skal denne renses inden brug. Dette kan f.eks. gøres ved rystning med Florisil inden brug.

2. Aluminiumoxid erstattes med Florisil som kolonnemateriale til separation af olie og fedt.

For at opnå en ensartet kvalitet af Florisil anbefales det, at den inden brugen tørres natten over ved 105°C. Den kan herefter opbevares i eksikator.