

## Vandundersøgelse - Olie og fedt - Ekstraktion med tetrachlorethen og måling ved infrarødspektrofotometri

### 1 Orientering og anvendelsesområde

Denne metode beskriver en infrarød spektrofotometrisk (IR) metode til bestemmelse af olie og fedt i spildevand. Med metoden bestemmes enten totalindholdet af olie og fedt eller disse stofgrupper hver for sig (se pkt. 2). Metoden er anvendelig for måling af olie og fedt fra 0,1 til 50 mg/L.

Opløseligheden 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 metode skal kunne anvendes med god korrekthed og præcision, kræves, at de søgte organiske stoffer er jævnt fordelt 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 prøvetagningsapparatet. Olie og fedt kan kun bestemmes ved stikprøver.

Den foreliggende metode er ikke specifik for olie og fedt, men disse stofgrupper er defineret 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 forsæbede 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 analyser sættes i relation til prøvens oprindelse.

### 2 Princip

Efter syretilsætning ekstraheres prøven med tetrachlorethen, og ekstraktets IR-absorption måles ved bølgetallene  $2960\text{ cm}^{-1}$  og  $2925\text{ cm}^{-1}$ . Ved hjælp af søjlechromatografi gennem Florisil eller 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 i molekylstrukturen indeholder CH-, CH<sub>2</sub>- og CH<sub>3</sub>-grupper. Absorptionen sammenlignes med en standardprøve.

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

### 3 Definitioner

Ved parameteren **olie og fedt** (totalindhold ekstraherbare stoffer) forstås det totale indhold af (organiske) stoffer, som kan ekstraheres fra prøven med tetrachlorethen, og som kan bestemmes kvantitativt ved IR-spektrofotometri i henhold til nærværende metode.

Ved parameteren **olie** (upolære ekstraherbare stoffer) forstås den fraktion af olie og fedt, som opløst i tetrachlorethen kan passere gennem en Florisil- eller aluminiumoxidsøjle, og som kan bestemmes kvantitativt ved IR-spektrofotometri i henhold til nærværende metode.

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

### 4 Reagenser og standarder

Alle anvendte kemikalier skal være af analysekvalitet. Til fremstilling af reagenserne anvendes destilleret eller demineraliseret vand, som overholder grade 1 i henhold til ISO 3696.

#### 4.1 Saltsyre, ca. 6 mol/L

Bland en volumendel koncentreret saltsyre, HCl, (densitet = 1,19 g/mL) med en volumendel vand.

#### 4.2 Magnesiumchlorid

Magnesiumchlorid, MgCl<sub>2</sub>.

#### 4.3 Adsorbenter

##### 4.3.1 Florisil® 60-100 Mesh

Partikelstørrelse 150 µm til 250 µm. For at opnå en ensartet kvalitet af Florisil anbefales det, at materialet inden brug tørres 16 timer ved 105°C. Materialet skal herefter opbevares i ekssikator.

##### 4.3.2 Aluminiumoxid

Aluminiumoxid, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, neutral, aktivitetstrin 1 iht. 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.

#### 4.4 Tetrachlorethen

C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>, uden infrarød absorption i området 3400 – 2500 cm<sup>-1</sup>.

Det er normalt nødvendigt at rense tetrachlorethen. Rensning kan f.eks. foretages med Florisil. Til 1,5 – 2 liter tetrachlorethen anvendes ca. 80 g adsorbent (4.3).

Blandingen rystes eller omrøres i en time, hvorefter tetrachlorethenet filtreres gennem et papirfilter. Filtreringen bør udføres umiddelbart efter rystningen, for at undgå at forureninger, som adsorberedes på adsorbenten, efter henstand på ny opløses i tetrachlorethen.

Oprensningen fjerner tilsat stabiliseringsreagens. Oprenset tetrachlorethen er derfor begrænset holdbar.

Tetrachlorethens kvalitet kontrolleres som angivet i pkt. 6.4.1.

**Bemærk!** Følg nøje de sikkerhedsforskrifter m.m., som er anført i pkt. 6.3.

NOTE: Tetrachlorethen kan anvendes uden forudgående oprensning, forudsat at tetrachlorethen til registrering af nullinje, fremstilling af kalibranter og reference ved den spektrofotometriske måling er udrystet med vand for at fjerne stabiliseringsreagens inden anvendelsen.

#### 4.5 Natriumsulfat

Natriumsulfat, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, vandfri.

#### 4.6 Standardblanding

Fremstil en blanding af lige volumendele n-hexadekan (C<sub>16</sub>H<sub>34</sub>) og isooktan (C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>). 5,00 mL hexadecan og 5,00 mL isooktan afmåles med målepipette og blandes i et prøverør eller glaskolbe med indsløbet prop.

NOTE: Alternativt kan det stof eller den blanding af stoffer, som man ved findes i prøven, anvendes som standardblanding. Anvendelse heraf er en modifikation af nærværende metode, som kan anvendes til enkelte prøver eller projekter, men ikke som generel procedure.

#### 4.7 Kalibreringsopløsning, ca. 1 mg/mL

Afvej ca. 100 mg med en nøjagtighed på 0,1 mg af standardblandingen i en 100 mL målekolbe med indsløbet glasprop. Fyld målekolben til mærket med tetrachlorethen.

### 5 Apparatur

Alle glasvarer inklusive prøveflasker skal være absolut rene, frem for alt med hensyn til stoffer, som kan opløses i tetrachlorethen.

Eksempel på rengøringsprocedure: Efter afvaskning og omhyggelig skylning i destilleret eller demineraliseret vand tørres glasset. Rester af organisk stof på glasset fjernes. Det kan f.eks. ske ved at gløde ved 450°C i minimum 3 timer. Alternativt kan der skylles med tetrachlorethen efterfulgt af afdampning af rester af dette. Kuvetten til måling glødes ikke, se 5.10. 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 lignende midler.

#### 5.1 Prøveflasker

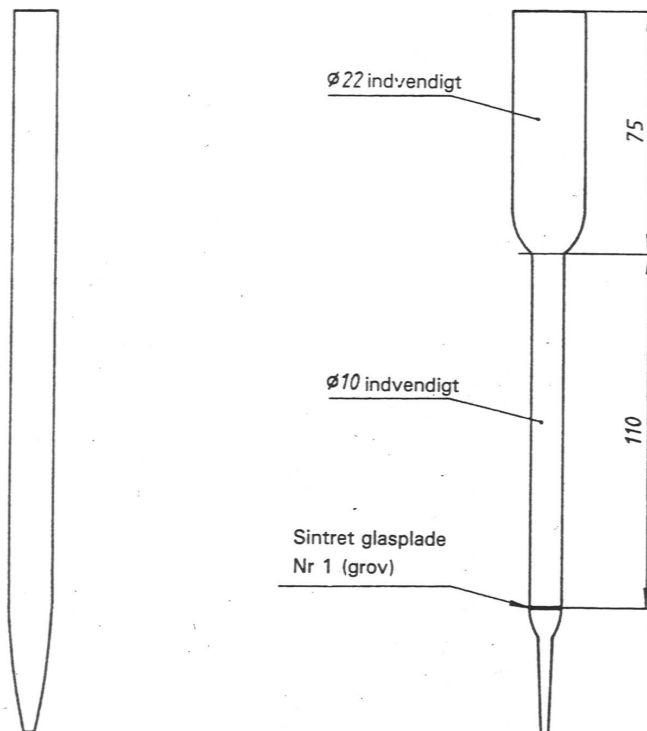
Til prøvetagning anvendes glasflasker med indsløbet prop eller skruelåg, som er forsynet med teflonpakning. Passende størrelse er 0,5-2 liter. Plastflasker er ikke egnede som prøveflasker.

#### 5.2 Skilletragte

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

#### 5.3 Kromatografisøjle

Søjlen bør være ca. 100-150 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.



Figur 1. Kromatografisøjler

#### 5.4 Glasuld

Korttrådet glasuld anbefales til filtrering (6.6.2).

#### 5.5 Tragt til filtrering

For at mindske fordamningstab kan høje, smalle tragte anvendes (tragtrør til glasfilterdigler), se Figur 2.



Figur 2. Tragtrør

### 5.6 Erlenmeyer-kolber

Erlenmeyer-kolber, 50 mL og 100 mL, med indslebne glaspropper.

### 5.7 Rystemaskine

Rystemaskine, som giver god blanding af prøve og ekstraktionsmiddel.

### 5.8 Centrifuge

Centrifuge beregnet til 100 mL centrifugerør af glas og med en omdrejningshastighed, der kan reguleres, jf. 6.6.2.

### 5.9 IR-spektrofotometer

Registrerende instrument beregnet til måling i området  $3400 - 2500 \text{ cm}^{-1}$ .

### 5.10 Kuvetter

Kuvetter af kvarts, 1 – 50 mm lysvej. Kuvetten skal skylles med tetrachlorethen før brug.

## 6 Fremgangsmåde

### 6.1 Prøvetagning

Der udtages mellem 0,4 og 2 liter prøve i en glasflaske. Prøveflasken må højst fyldes ca. 70-80 % såfremt udrystning foretages i prøveflasken.

Prøven skal udtages som stikprøve, jf. pkt. 1, og hele den udtagne prøve skal tages i arbejde ved analysen.

Prøven skal straks efter udtagning sendes til laboratoriet til analyse.

NOTE: Da det er vanskeligt at sikre sig, at olie og fedt er fordelt homogent i prøven, skal hele den udtagne prøvemængde analyseres.

### 6.2 Konservering og forbehandling

Den udtagne prøvemængde bestemmes f.eks. ved at veje prøveflaske plus prøve og subtrahere vægten af flasken i tom tilstand. Vægten omregnes til volumen under hensyntagen til vandets massefylde, se NOTE 1.

Dernæst tilsættes saltsyre (4.1) til pH 1-2 og prøven køles til  $3 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$  for at forhindre eventuel mikrobiologisk nedbrydning af olie og fedt i prøven. Sædvanligvis er en tilsætning på 2 mL/L tilstrækkelig. Desuden tilsættes 50 g magnesiumchlorid (4.2) pr. liter prøve, se NOTE 2.

NOTE 1: I denne metode anvendes en massefylde for vand på 1 g/mL.

NOTE 2: Magnesiumchlorid tilsættes for at mindske emulsionsdannelse. Tilsætning kan undlades for prøver, der erfaringsmæssigt ikke giver emulsionsproblemer (f.eks. prøver, der ikke skummer, ikke indeholder synlig olie eller fedt, eller har et lavt indhold af suspenderet stof ( $< 20 \text{ mg/L}$ )).

### 6.3 Sikkerhedsforanstaltninger (ad tetrachlorethen)

Tetrachlorethen skal håndteres ifølge gældende regler. Tetrachlorethen er ikke brandfarligt, men kan ved stærk opvedning afgive den giftige gas fosgen.

Tetrachlorethen skal håndteres med forsigtighed. Se endvidere leverandørbrugsanvisning.

Alt arbejde med tetrachlorethen, som det beskrives i denne metode, skal foregå i stinkskab. Ved alt arbejde med tetrachlorethen skal beskyttelseshandsker anvendes for at beskytte huden og for at mindske optagelsen af tetrachlorethen gennem huden.

Tetrachlorethen må ikke hældes ud i afløbet. Opløsningsmidlet opsamles i separate beholdere og behandles jf. gældende bestemmelser.

## 6.4 Udstyr og metodekontrol

### 6.4.1 Renhedskontrol af tetrachlorethen

Renhedsgraden i hver nyåbnet pakning med tetrachlorethen skal kontrolleres. Det er desuden anbefalelsesværdigt at udføre en renhedskontrol hver dag for at sikre, at forurening ikke er tilført fra andre kilder.

Skyl både den ind- og den udvendige side af de kuvetter, der anvendes til fotometeret. Gennemløbskuvetter skylles kun indvendig. Fyld prøvekuvetten med tetrachlorethen. Registrér et spektrum mellem ca. 3300 og 2700  $\text{cm}^{-1}$  med luft som reference. Den absorptionstop, som findes ved 2925  $\text{cm}^{-1}$ , må ikke give et væsentligt blind-bidrag. I modsat fald skal tetrachlorethen renses som angivet i pkt. 4.4.

### 6.4.2 Registrering af nullinie

Kuvetten rengøres nøje med tetrachlorethen og fyldes dermed, hvorefter en nullinie registreres inden for området 3400 – 2500  $\text{cm}^{-1}$  med tetrachlorethen som reference. Signifikante toppe inden for dette interval tyder på forurening af tetrachlorethen eller kuvette.

Årsagen til dette må bestemmes og elimineres, således at nullinien ved fornyet kontrol er lige og uden toppe.

## 6.5 Kalibrering

Standardblandingen (4.6) anvendes til kalibrering, fordi den stemmer godt overens med et stort antal forureninger (se 9.7).

NOTE 1: Såfremt en opgave kræver det, kan kalibreres ved hjælp af en standard bestående af det stof eller den blanding af stoffer, som man ved findes i prøven. Anvendelse heraf er en modifikation af nærværende metode, som kan anvendes til specifikke prøver eller opgaver, men ikke som generel procedure.

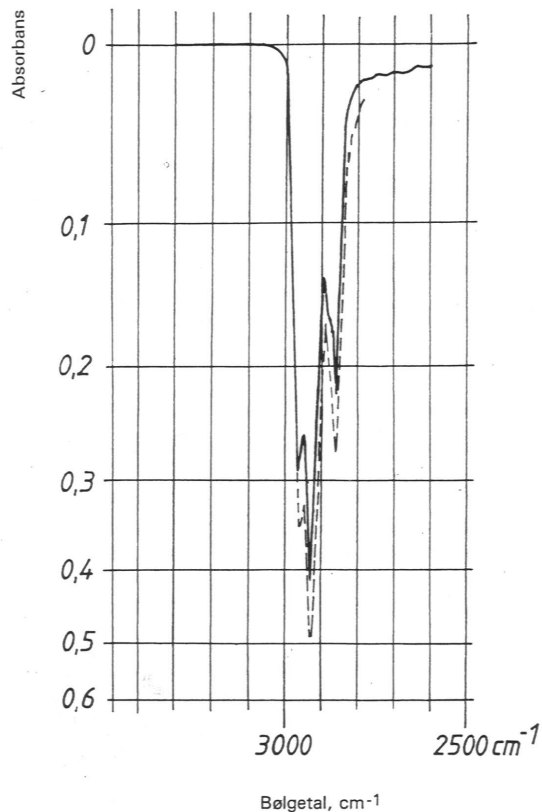
Uanset om standardblandingen (4.6) eller andre stoffer anvendes som standard, går man ved kalibreringen ud fra en kalibreringsopløsning med koncentrationen ca. 1 mg/mL, tilberedt iht. anvisningerne i pkt. 4.7.

Til kalibrering kan f.eks. anvendes følgende fortyndinger:

Til 6 stk. 50 mL målekolber med indslebne glaspropper overføres følgende mængder kalibreringsopløsning (4.7) med pipette:

	0,1	0,5	1,0	2,0	3,5	5,0	mL
Som efter fortynding indeholder ca.	0,1	0,5	1,0	2,0	3,5	5,0	mg/50 mL

Disse opløsningers absorbans måles med ren tetrachlorethen (6.4.1) som reference, som beskrevet i pkt. 6.6.4 (bemærk, at selv en nullinie skal registreres!), og spektret udmåles på følgende måde (se Figur 3):



**Figur 3**

Figur 3 viser et spektrum af en olieprøve inden (punkteret linie) og efter kromatografering (heloptrukken linie). Fra basislinien måles absorbansen ved  $2960\text{ cm}^{-1}$  (0,290) og  $2925\text{ cm}^{-1}$  (0,420). Summen bliver da 0,710.

Fra absorbansminimum ved  $3400 - 3300\text{ cm}^{-1}$  trækkes en vandret basislinie. Fra denne basislinie måles absorbanserne ved  $2960$  og  $2925\text{ cm}^{-1}$ . Summen af de to absorbanser beregnes.

Der fremstilles en kalibreringskurve, hvor summen af de ovenfor angivne absorbanser afsættes mod kalibreringsopløsningernes nøjagtige indhold (mg standard/50 mL tetrachlorethen), altså i henhold til den foretagne indvejning (se pkt. 4.7).

NOTE 2: Alternativt kan respons bestemmes ved at integrere absorbansen mellem  $3000\text{ cm}^{-1}$  og  $2800\text{ cm}^{-1}$ .

## 6.6 Analyse

### 6.6.1 Valg af analyseparameter

Følgende parametre kan bestemmes med metoden:

- Olie og fedt
- Olie
- Fedt

Vælg fremgangsmåde afhængig af, hvilken parameter der skal bestemmes på prøven.

**ad a)** Olie og fedt:

ekstraktion (6.6.2) og IR-spektrofotometrisk bestemmelse (6.6.4)

**ad b)** Olie

ekstraktion (6.6.2), kromatografering af ekstraktet (6.6.3) og IR-spektrofotometrisk bestemmelse (6.6.4) på gennemløbet.

**ad c)** Fedt:

beregnes ud fra målinger af a) Olie og fedt og b) Olie.

### 6.6.2 **Ekstraktion**

Hele den konserverede prøve (6.2) ekstraheres på følgende måde:

Kontrollér, at prøvens pH er mellem 1 og 2. Justér evt. med saltsyre (4.1). Overfør prøven til en skilletragt (NOTE 1). Ryst derefter den helt tømte prøveflaske med 50 mL tetrachlorethen (4.4) og overfør til skilletragten, se 8.1. Sæt proppen i, ryst, udregn eventuelle trykvariationer og spænd skilletragten fast i rystemaskinen. Ryst i 60 min. Tag skilletragten op efter udrystningen og lad faserne skille.

Hvis en vis adskillelse af faserne (således at der kan aftappes ca. 25 mL tetrachlorethenfase) ikke er opnået inden ca. 2 h, må emulsionen og en eventuel separeret fase centrifugeres. Aftap direkte i centrifugerøret uden filtrering. Centrifuger prøven i ca. 10 min. ved et omdrejningstal, der ikke må overstige 0,8 gange det for vand tilladelige. Da tetrachlorethens densitet er 1,63 g/mL, er der risiko for, at centrifugerøret sprænges ved et højere omdrejningstal. Udtag tetrachlorethenfasen med pipette og filtrér som ovenfor anført. NOTE 2.

Placér glasuld (5.4) i en tragt (5.5) og dæk glasulden med ca. 1 g vandfri natriumsulfat (4.5). Skyl såvel filter som natriumsulfat og tragt med 10 – 20 mL tetrachlorethen, som kasseres. Tap dernæst ekstraktet (tetrachlorethenfasen) af gennem det skyllede filter og opsaml filtratet i en kolbe med indslebet prop (NOTE 3).

NOTE 1: Alternativt kan ekstraktion foretages i prøveflasken.

NOTE 2: Hvis det selv efter centrifugering ikke er muligt at opnå tilstrækkelig faseadskillelse til den IR-spektrofotometriske bestemmelse, er analyse af prøven iht. denne metode ikke mulig. Forsøg ikke at foretage en måling, da det ikke vil være muligt at opnå pålidelige kvantitative resultater.

NOTE 3: Eventuel emulsion må ikke aftappes gennem filtret.

### 6.6.3 **Kromatografering**

Tilberedning af kromatografisøjlen (5.3). Hvis man anvender en søjle uden "sinterplade", placeres lidt glasuld (5.4) i bunden af søjlen, hvorefter adsorbent (4.3) fyldes i til en højde af ca. 10 cm. Søjlen pakkes løst for ikke at hæmme tetrachlorethenets gennemløb. Der hældes tetrachlorethen på søjlen, indtil ca. 10 mL er løbet igennem, og der ventes, indtil det ikke mere drypper fra søjlen.

Tetrachlorethenekstraktet (6.6.2) sættes forsigtigt og portionsvis til den frisk tilberedte søjle. De første 10 mL (brug måleglas), der passerer søjlen, kasseres. Denne mængde er lidt mere, end hvad der tilbageholdes på søjlen.



Derefter opsamles gennemløbet i en kolbe med indsløbet glasprop. Der skal opsamles mindst så meget gennemløb, som bruges til fyldning af kuvetten (ca. 12 – 15 mL til en 40 mm kuvette.)

NOTE: Mængden af ekstrakt, der påsættes kromatografikolonnen, kan tilpasses volumen af den valgte kuvette. Hvis en delmængde af ekstraktet anvendes, kan kromatografisøjlels højde og det volumen af gennemløb, der kasseres efter påsætning, reduceres i forhold til den andel af ekstraktet, der påsættes kromatografikolonnen.

#### 6.6.4 IR-spektrofotometrisk bestemmelse

Fyld prøvekuvetten med tetrachlorethenekstrakt og optegn dets spektrum inden for intervallet  $3400 - 2500 \text{ cm}^{-1}$  med det rene tetrachlorethen som reference. Ekstraktet skal fortyndes, hvis absorbansen overstiger 1 (mindre end 10% transmission). Alternativt anvendes kortere lysvej til både prøver og kalibrering. Udmål spektret iht. afsnit 6.5 og beregn resultatet som angivet i pkt. 7.1.

## 7 Resultat

### 7.1 Beregning

Beregn de tre analyseparametre efter følgende formler:

$$x = 1,4 \cdot \frac{b_1}{a} \cdot \frac{d_1}{c_1} \cdot \frac{e}{50}$$

$$y = 1,4 \cdot \frac{b_2}{a} \cdot \frac{d_2}{c_2} \cdot \frac{e}{50}$$

$$z = x - y$$

hvor

1,4 = omregningsfaktor (se pkt. 8.3)

x = olie og fedt i prøven, mg/L

y = olie i prøven, mg/L

z = fedt i prøven, mg/L

a = rumfang prøve anvendt til ekstraktion, L

$b_1$  = værdi aflæst på kalibreringskurven ud for absorbansen A for tetrachlorethenekstraktet (6.6.2), mg standard/50 mL tetrachlorethen

$b_2$  = værdi aflæst på kalibreringskurven ud for absorbansen A for tetrachlorethengennemløbet (6.6.3), mg standard/50 mL tetrachlorethen

$c_1$  = rumfang tetrachlorethenekstrakt (6.6.2) inden eventuel fortynding ved den IR-spektrofotometriske bestemmelse (6.6.4), mL

$c_2$  = rumfang tetrachlorethengennemløb (6.6.3) inden eventuel fortynding ved den IR-spektrofotometriske bestemmelse (6.6.4), mL

$d_1$  = total rumfang tetrachlorethenopløsning efter eventuel fortynding af  $c_1$ , mL

- $d_2$  = total rumfang tetrachlorethenopløsning efter eventuel fortynding af  $c_2$ , mL
- $e$  = total rumfang tetrachlorethen anvendt til ekstraktion (normalt 50 mL), mL
- $A$  = summen af IR-absorbanserne ved bølgetallene  $2960\text{ cm}^{-1}$  og  $2925\text{ cm}^{-1}$ .  
Absorbansen af hver enkelt af disse to toppe er differensen mellem toppens absorbans og basisliniens absorbans.

## 7.2 Analyserapport

Analyserapporten skal indeholde:

- Nøjagtig identifikation af prøven
- Henvielse til denne metode, Reflab metode 5:2014
- Resultatet udtrykt i mg/L, afrundet som beskrevet nedenfor

Resultater under 0,1 mg/L opgives som < 0,1 mg/L. Resultater over 50 mg/L opgives som > 50 mg/L. Resultater 0,1 – 10 mg/L opgives med 1 decimal. Resultater > 10 mg/L afrundes til nærmeste hele mg/L.

Resultater opgives som:

olie og fedt

olie

fedt

Olie henholdsvis fedt kan eventuelt opgives som % af olie og fedt

- Oplysninger om, hvorvidt en anden standardblanding end (4.6) er anvendt
- Oplysninger om øvrige forhold, som kan have påvirket resultatet, herunder eventuelle afvigelser fra de beskrevne fremgangsmåder.

## 7.3 Korrekthed og præcision

Metodens kvalitet er undersøgt ved en interlaboratorieundersøgelse (9.8).

### Korrekthed

Metodens korrekthed er baseret på syntetiske prøver samt spildevand fra renseanlæg og slagteri.

*Olie og fedt:*

Middelgenfinding 97% varierende fra 93 til 102% (4 prøver).

*Olie:*

Middelgenfinding 95% varierende fra 94 til 95% (2 prøver).

### Repeterbarhed

Repeterbarhedsstandardafvigelsen for olie og fedt er vurderet på baggrund af syntetiske prøver samt spildevand fra renseanlæg, slagteri og vaskeri.

*Olie og fedt:*

0,02 mg/L ved koncentration 0,5 mg/L (1 prøve).

0,6 - 3% i koncentrationsområdet fra 5 til 530 mg/L (5 prøver).

*Olie:*

For olie er repeterbarhedsstandardafvigelsen baseret på syntetiske prøver og spildevand fra renseanlæg og vaskeri.

0,01-0,05 mg/L ved koncentration <0,1 til 0,5 mg/L (2 prøver).

1 – 3% i koncentrationsområdet fra 5 til 530 mg/L (3 prøver).

### **Reproducerbarhed**

*Olie og fedt:*

Reproducerbarhedsstandardafvigelsen for olie og fedt er vurderet på baggrund af syntetiske prøver samt spildevand fra renseanlæg, slagteri og vaskeri.

0,2 mg/L ved koncentration 0,5 mg/L (1 prøve).

9 - 26% i koncentrationsområdet fra 5 til 530 mg/L (5 prøver).

*Olie:*

For olie er reproducerbarhedsstandardafvigelsen baseret på syntetiske prøver og spildevand fra renseanlæg og vaskeri.

0,1 mg/L ved koncentration 0,5 mg/L (1 prøve).

7 – 9 (14)% i koncentrationsområdet fra 5 til 530 mg/L (2(3) prøver).

### **Detektionsgrænse:**

Detektionsgrænse ( $3 \cdot s_r$ ) er 0,1 mg/L for både olie og fedt samt olie.

## **8 Kommentarer**

- 8.1 Olie og fedt har stor evne til at hæfte sig på glassider. Er prøven opbevaret længere tid i en flaske, tiltager vedhæftningen. Hvis lavt olieindhold skal bestemmes, kan udbyttet blive mindre end 50%, hvis ikke flasken skylles omhyggeligt med den tetrachlorethen, som anvendes ved ekstraktionen.
- 8.2 Ved indhold under 50 mg/L har forsøg vist, at én ekstraktion sædvanligvis er tilstrækkelig for at få 95 – 99% udbytte af en tilsat olie. Udbyttet falder med stigende indhold af olie og fedt.
- 8.3 I DS/R 209:2006 og tidligere udgaver anvendes kalibrering i forhold til en blanding af hexadecan+isooctan+benzen (3+3+2). Benzen er af arbejdsmiljømæssige hensyn udeladt i nærværende metode. For at sikre sammenlignelighed mellem resultater opnået med DS/R 209:2006 og nærværende metode, er en faktor 1,4 indsat i beregningen (pkt. 7.1). Faktoren skyldes vægtandelen af hexadecan+isooctan i nærværende metodes kalibreringsblanding (1,00) i forhold til de to stoffers vægtandel i kalibreringsblanding i DS/R 209:2006 og tidligere udgaver (0,714).

## 9 Litteratur

- 9.1 Anonym, 1972. Methods for the analysis of oil in water and soil. Strichting Concawe, Report N. 9/72 (Concawe, van Hogenhoucklaan 60, the Hague, 2018 Netherlands).
- 9.2 ASTM D3921-96: Standard test method for oil and grease and petroleum hydrocarbons in water, 2003.
- 9.3 Carlberg, S R and Skarstedt, C B, 1972. Determination of small amounts of non-polar hydrocarbons (oil) in sea water. I Cons int Explor Mer, 34 (3): 506 – 515.
- 9.4 Lindgren, C G, 1957. Measurement of small quantities of hydrocarbons in water. J Am Wat Wks Assn, 49: 55 – 62.
- 9.5 Mallevalle, J, 1974. Measurement of hydrocarbons in water: Application to cases of surface water pollution. Water Research 8: 1071 – 1075.
- 9.6 Scholl, F und Fuchs, H, 1968. Bestimmung vom Mineralölspuren in Wasser. Bosch Tech Berichte, 2: 235 – 244.
- 9.7 Simard, R G, Hasegawa, I, Bandaruk, W and Headington, C E, 1951. Infrared spectrophotometric determination of oils and phenol in water. Analyt Chem 23: 1382 – 1387.
- 9.8 Miljøstyrelsens Referencelaboratorium: *Metodeafprøvning – Olie og fedt i spildevand. Interlaboratoriundersøgelser 2005*, Rapport, 28. september 2005.