



CONFIDENTIAL AND PROPRIETARY - © Eurofins Scientific (Ireland) Ltd, 2015. All rights reserved. This document contains information that is confidential and proprietary to Eurofins Scientific SE and / or its affiliates and is solely for the use of the personnel of Eurofins Scientific SE and all its affiliates. No part of it may be used, circulated, quoted, or reproduced for distribution outside companies belonging to the Eurofins group. If you are not the intended recipient of this document, you are hereby notified that the use, circulation, quoting, or reproducing of this document is strictly prohibited and may be unlawful.

# Analyse av olje i vann fra oljeutskillere:

1. Analytiske problemstillinger
2. Litt analytisk kjemi

**Riktige resultater**

**Riktige avgjørelser**

## Hva er olje?

- Ikke-vitenskapelig ord for «organisk væske som ikke er oppløselig i vann»

- Vegetabilsk, animalsk, mineralsk
  - Bionedbrytbart, toksisitet
- Hva slags olje settes krav til vdr utslippet fra oljeutskilleren?
  - NS9377-2

- Hvilken type olje er viktig å måle?



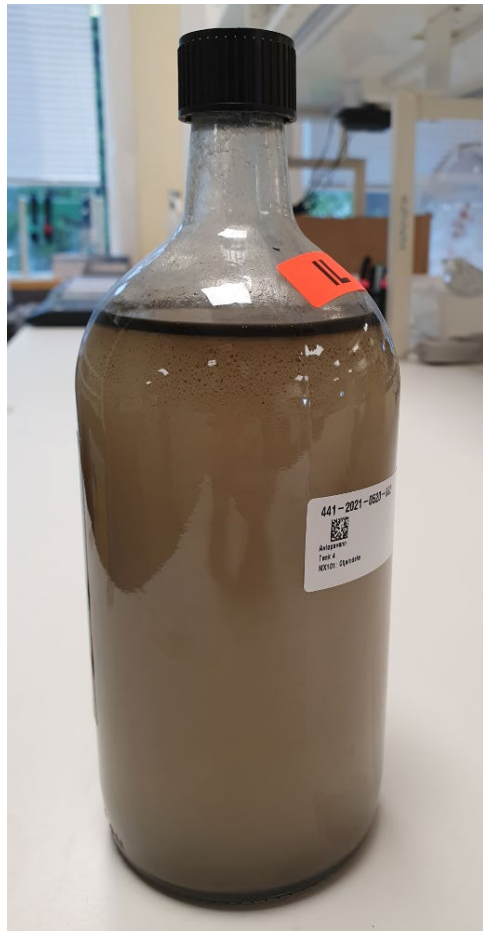
Upolar



Semipolar



Flyktig <C10



Olje er et løsemiddel for stoffer som er lite løselig i vann.

- Men dessverre også for semipolare som såpe, fett mm

Det er satt grensekrav til oljeutskillere basert på upolare C10-C40

## Viktig å benytte metode som ikke overestimerer Adsorpsjon

-»Samspill mellom egenskaper for en stoff til avsettes på fast stoff... Avhengig av trykk og temperatur.»

NS9377-2 utnytter adsorpsjon for å isolere de oljene som er interessante å måle på  
vha Forisil-rensing



## Flyktighet av organisk væske

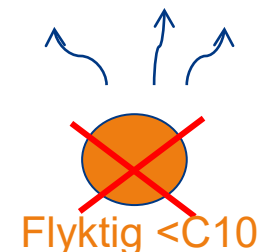
- Evnen til å gå over i dampform. Svært flyktig = stort damptykk = koker ved lav temp
  - Kortere alifatkjeder enn C10.

Rensingen med florisil gir tap av forbindelse under C10.

- Hvis det settes grensekrav til flyktige forbindelser:

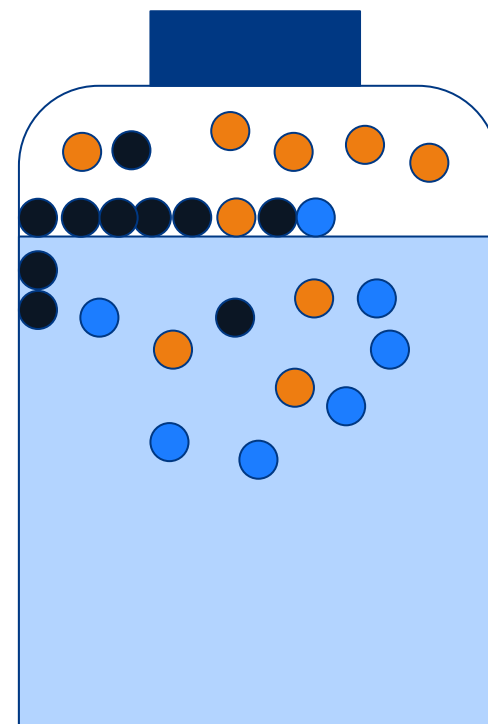
## Viktig å bruke metode som ikke underestimerer

Prøvetakingen **MÅ** utføres på egen flaske.

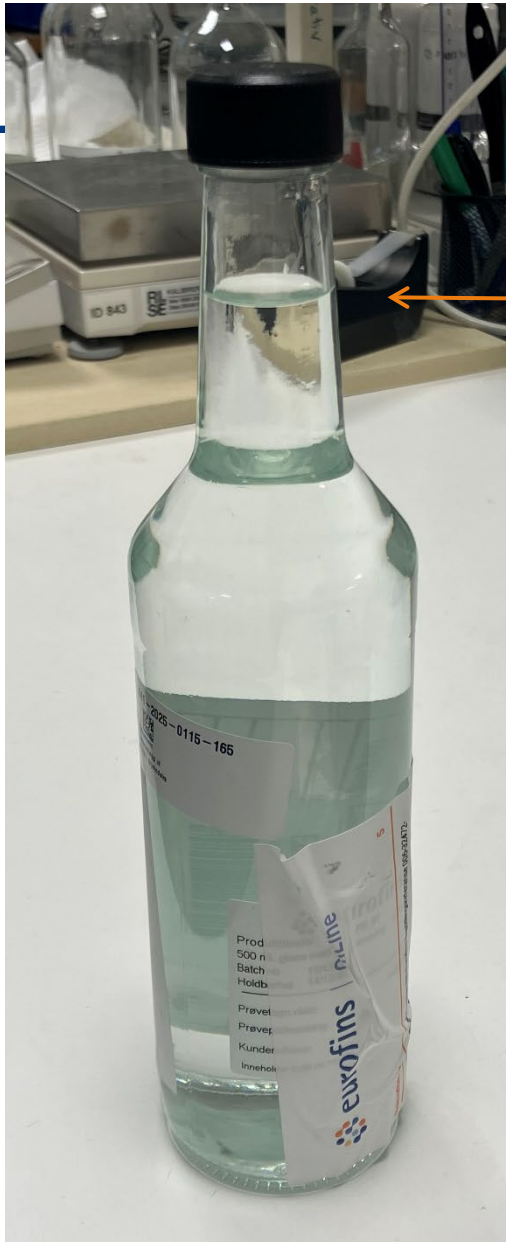


- **Mineralolje: Alifater, Aromater, Naftener, mm**  
Hydrofobe kjeder, forgreninger, millioner av forbindelser
- **Forbindelser med hydrofile funksjonelle grupper**  
Kjemikalier, såper, fettsyrer, mm
- **Løsemidler**  
Alifatiske-, aromatiske-, halogenerte-, alkoholer , ketoner

1. **Bruk glassflaske**
2. **Fylles 1 gang**
3. **Fylles kun til maks 90 % («skulder»)**
4. **Oppbevares mørkt og kjølig (Hindrer nedbryting)**
5. **Konserveres med HCl til pH<2**



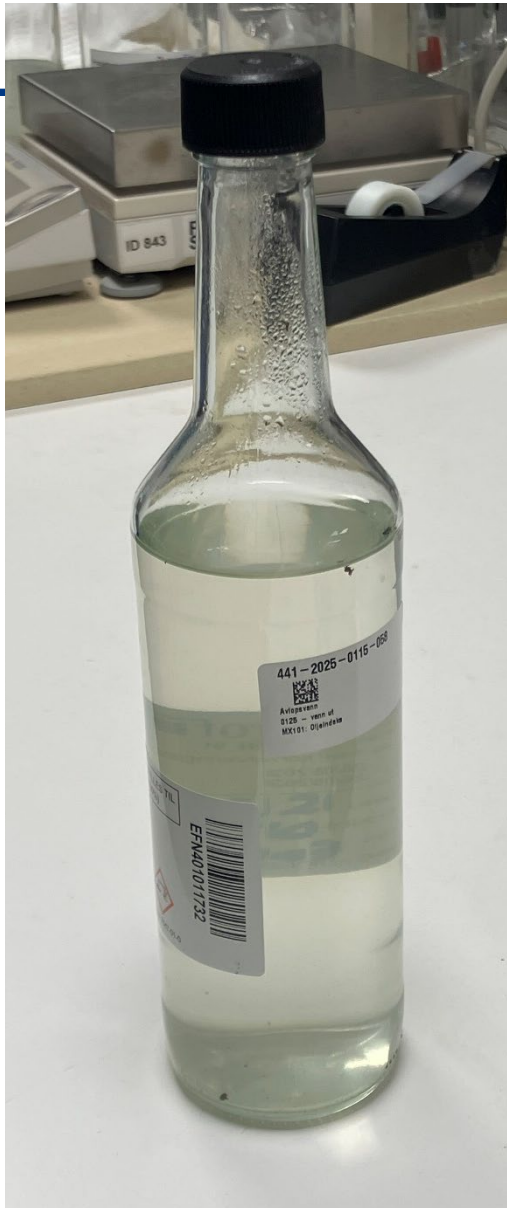
1,0 eller 0,5 liter glassflaske



Fylt for mye.  
Ikke plass til 40 mL  
ekstraksjonsmiddel.



← Plast kan ikke benyttes for direkte ekstraksjon. Stor måleusikkerhet. Analyseres uakkreditert



# Perfekt

MERK:

Kan ikke ta ut til andre analyser fra en «olje i vann» flaske!



Utfordringer i opparbeidelsen.

Ekstraksjon:

● Overføre mineraloljene til **Pentan fase**

● Flyktige forbindelser:

Tap i opparbeidelsen (Bør analyseres separat)

● Kjemikalier, syrer mm:

Interfererer (Må renses bort før analyse)

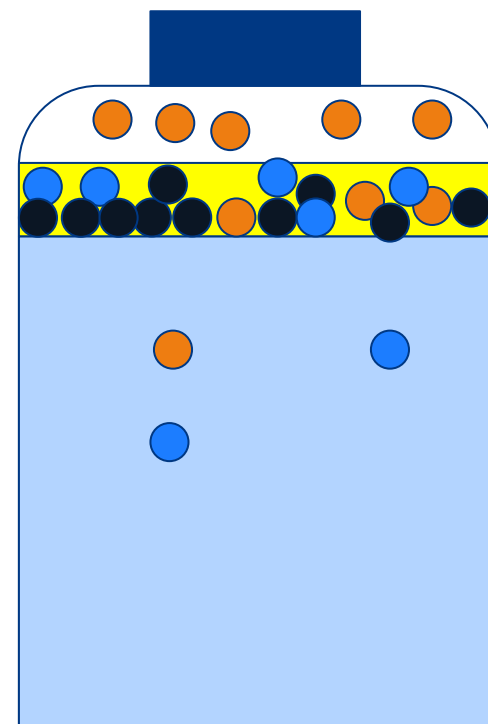
Sentralt i NS/EN/ISO 9377

1. Rensing med florisil

2. Nedre flyktighetsgrense C10 (OSPAR205 metode senker til C7 – Råolje)

NORVAR rapport 156/207

Anbefaler alternativ metode for flyktige forbindelser (under C10): HSGC-MS





Korrekt fylt til «skulder»  
Plass til 40 mL ekstraksjonsmiddel

Magnet tilsatt på lab  
Omrøres i 30 min

Utfordringer i opparbeidelsen.

Rensetrinn: Pentanfasen suges igjennom under vacuum

● Oljeforbindelsene absorberes ikke

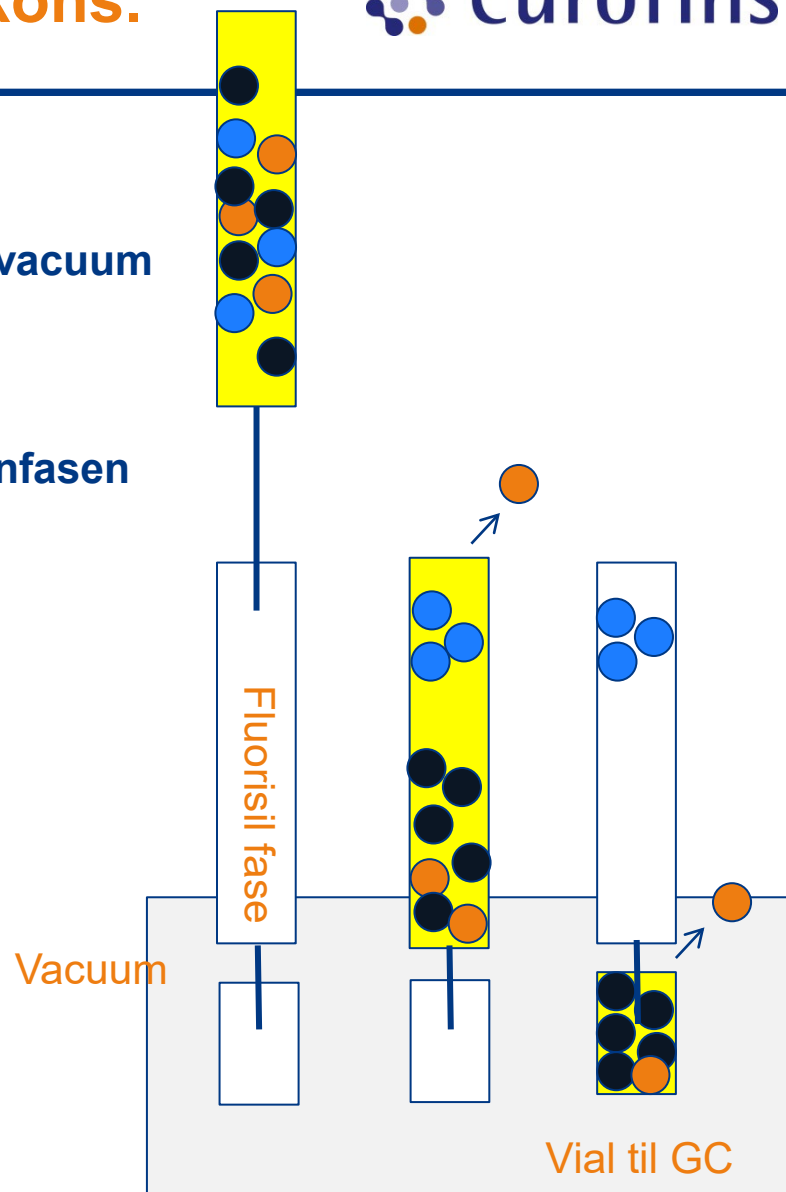
● Kjemikalier, syrer mm:

Polare funksjonelle grupper separeres fra pentanfasen

Adsorberes på florisil

● Flyktige forbindelser:

Stort tap i rensetrinnet (under vacuum)



## Florisil rensing

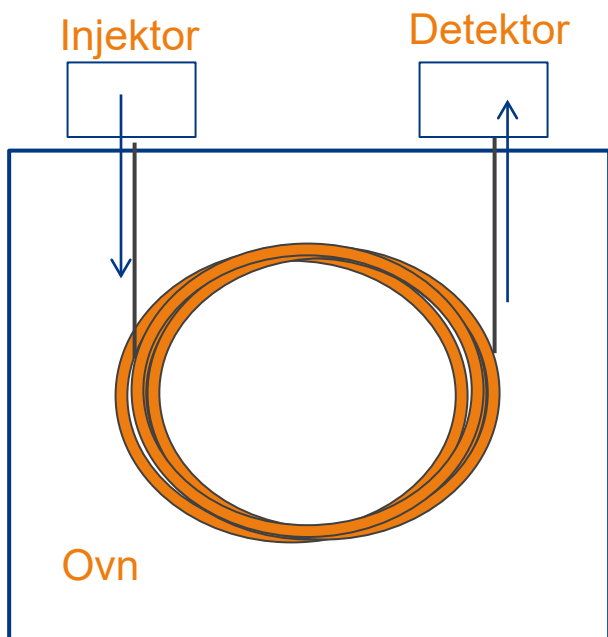


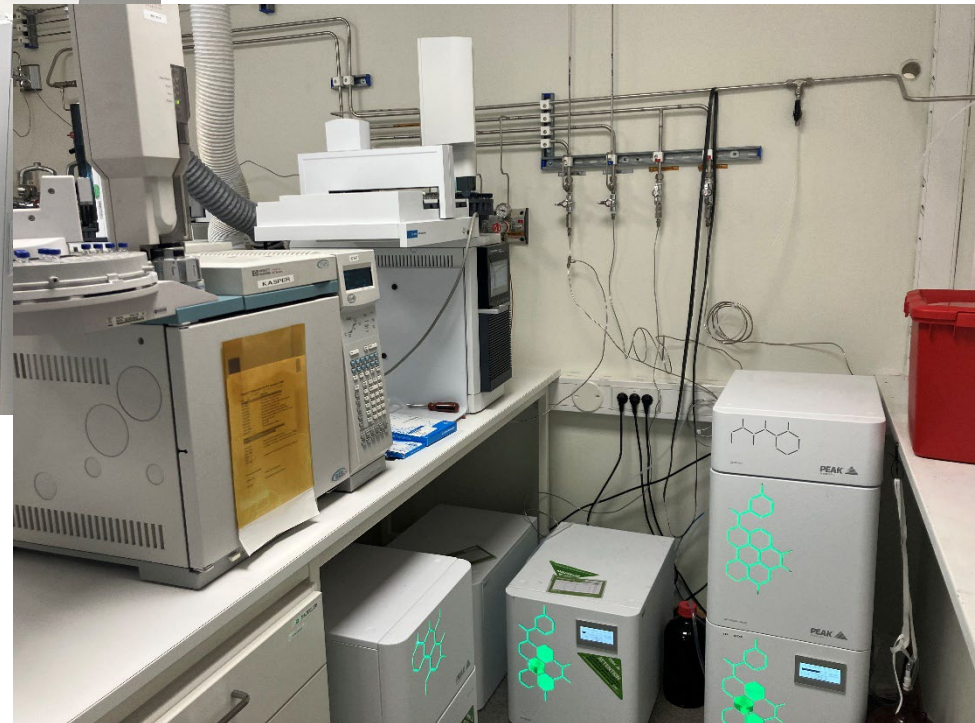
**Verktøy:**

**Ekstraksjon/oppkonsentrering: Overføre fra vann til organisk fase**

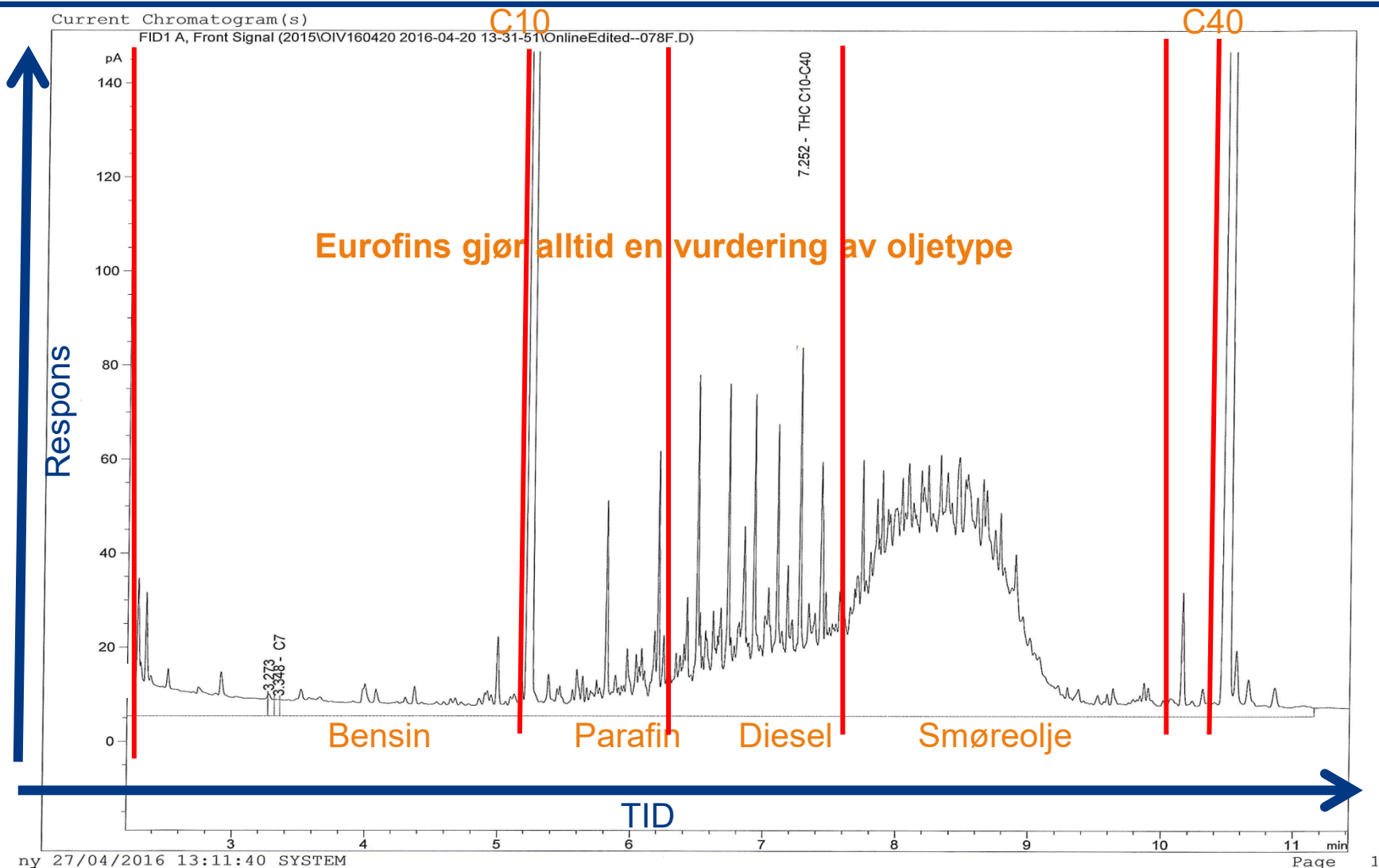
**Rensing/eliminere forstyrrelser: Adsorpsjon på florisil/silica**

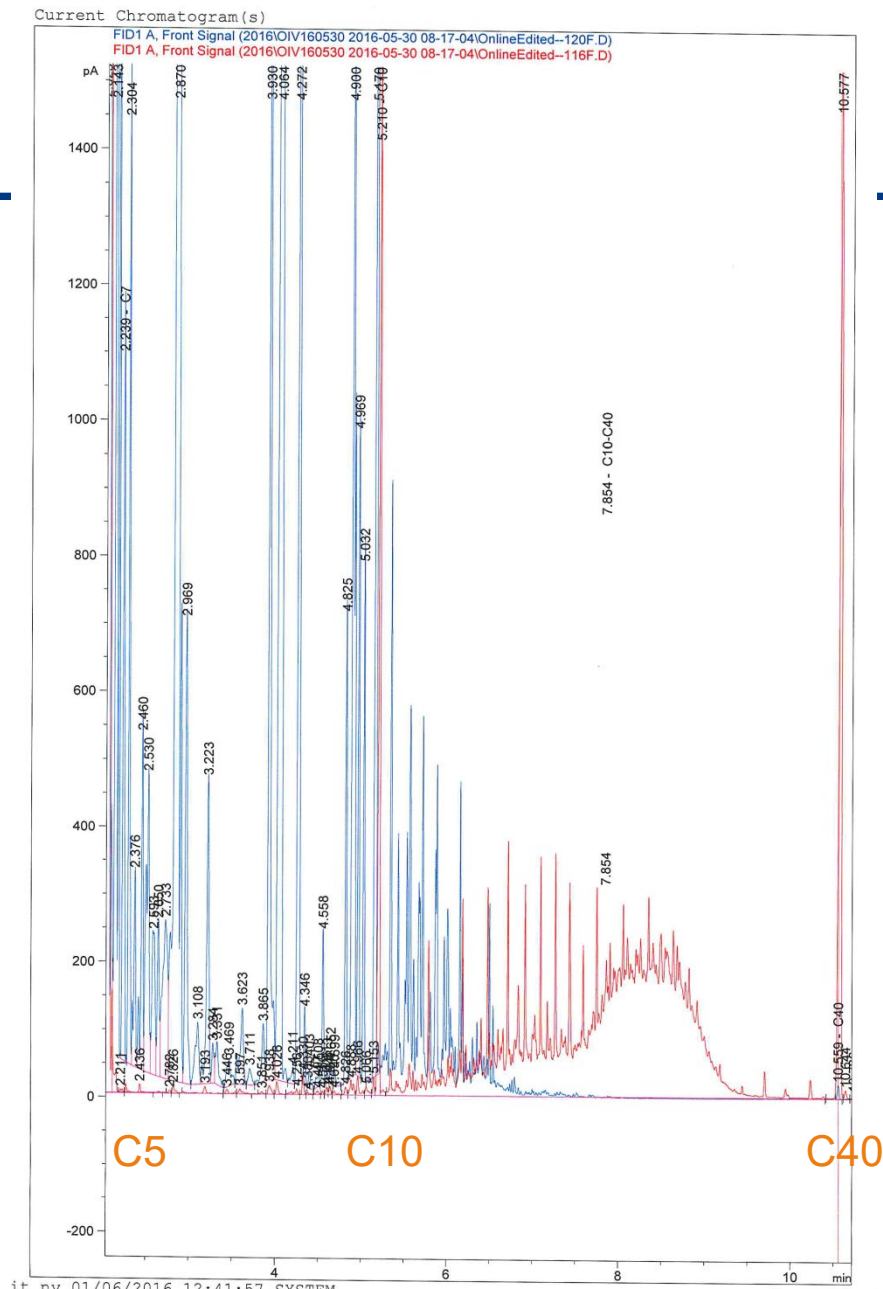
**Kromatografi: GC-FID (HC-respons /tid)**





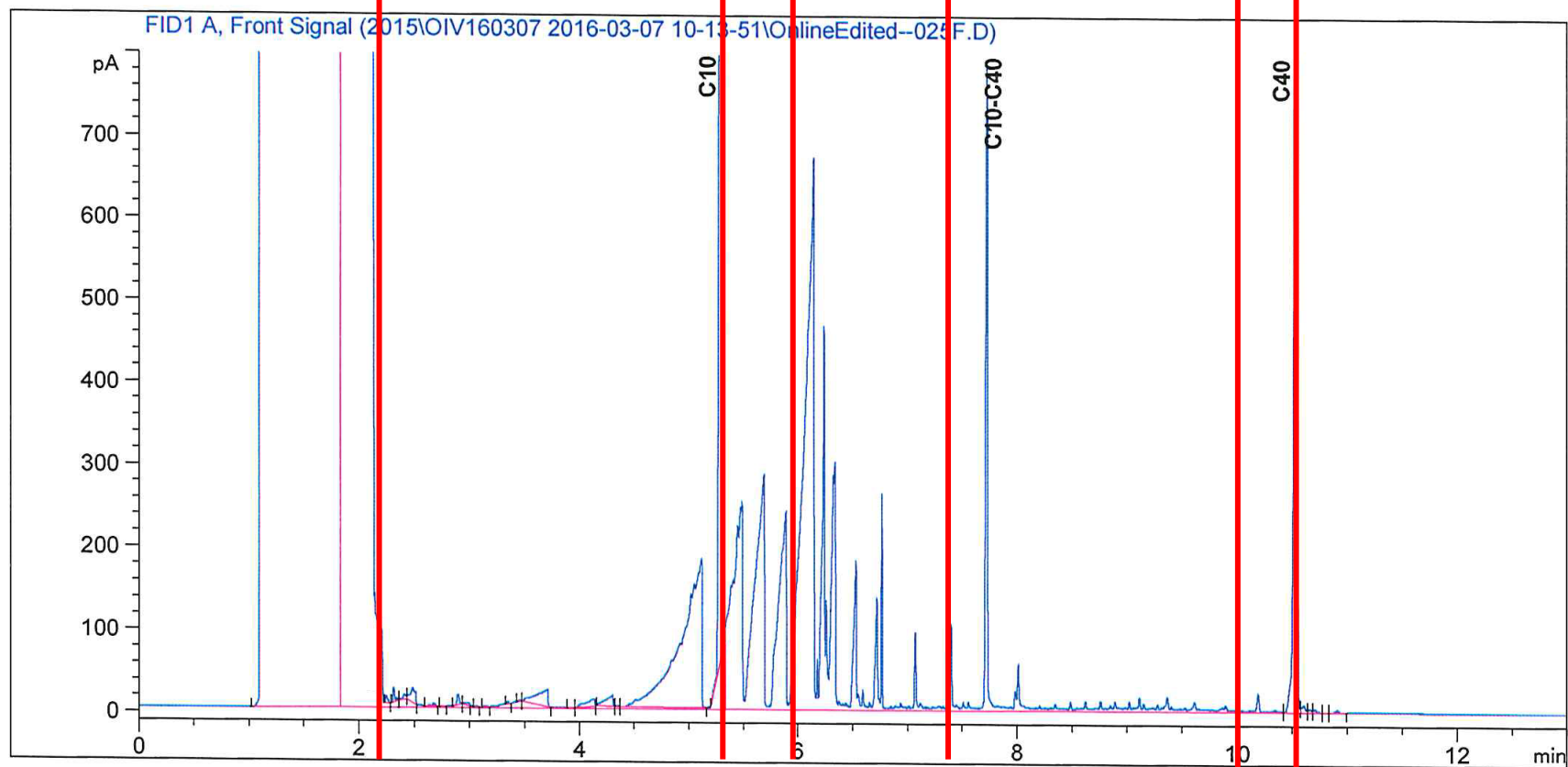
# GC-FID kromatogram



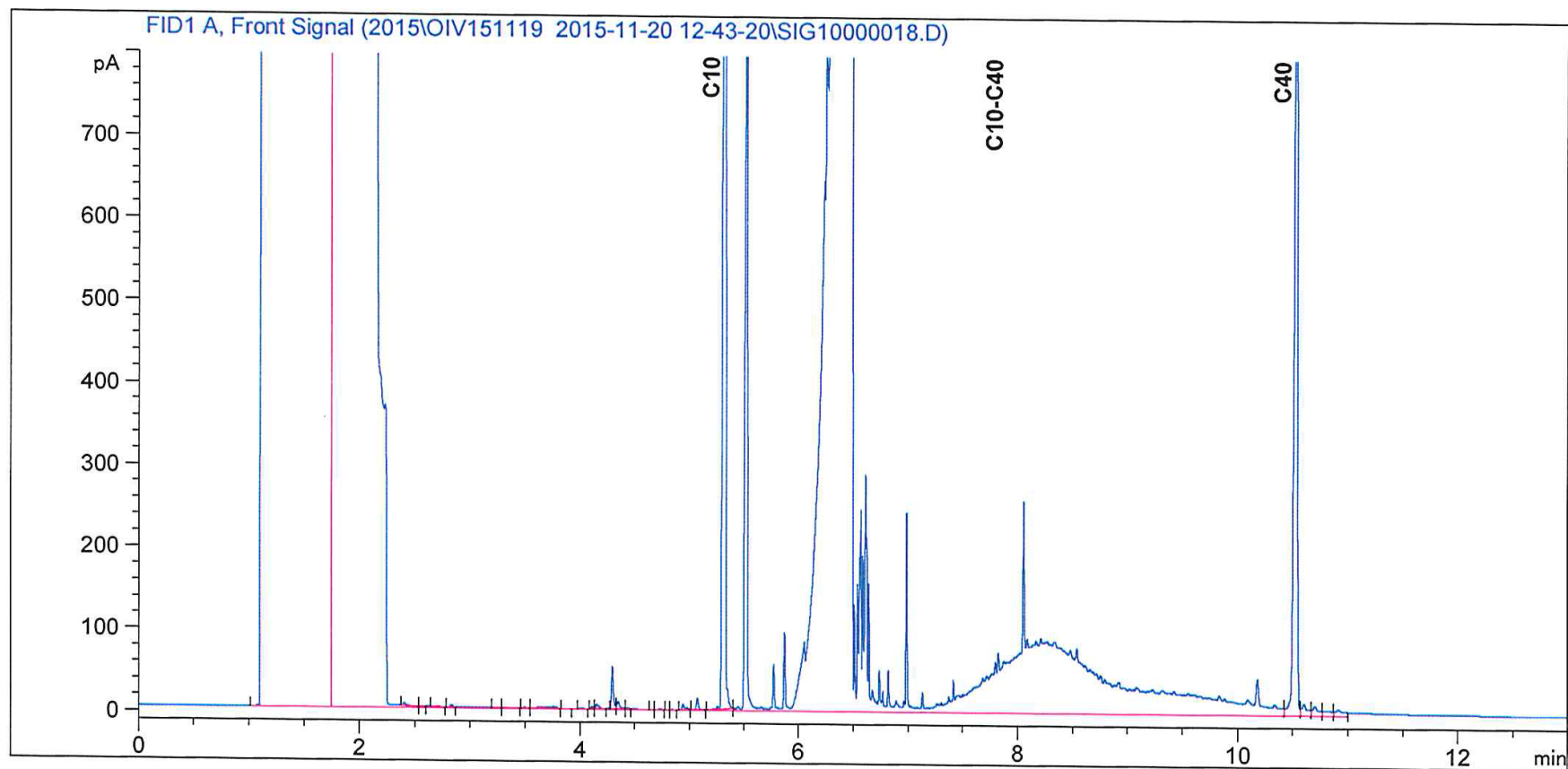


Bensin  
Diesel/Smøreolje





Prøve med mye fettsyrer.



● Prøve med kjemikalie.

**Analyser som gjøres for å regulere et regelverk bør gi:**

**Sikker kvalitativ ( riktige forbindelser)**

- **Vurdere kromatogramprofiler for olje og sikker identifikasjon med MS for løsemidler.**

**Sikker kvantitativ bestemmelse ( riktige verdier)**

- **Høy recovery (lite tap i opparbeidelse og analyse)**
- **Kvantifisert mot standarder tilsvarende forbindelsen som skal bestemmes. (diesel/smøreolje ikke kunstige n-alkanrekker)**
- **Minimal interferenser (falske positive)**

**Disse vurderingene er gjort ved utarbeidelse av NS/EN /ISO9377-2 samt NORVAR rapport 156/207 for valg av metode i forskrift.**