



ING. Frederik ZIJLSTRA

Problématique

Composés halogénés organiques extractibles (EOX)

&

L'utilisation de Florisil[™] (nettoyage)

Composés halogénés organiques extractibles (EOX)

X : Halogenes: Chlorures, Bromides, Iodides

sauf les Fluorures!

Très sensitive pour Chlore, Brome (60%) et Iode (10%)

Le procédé commence avec une LdQ de <1 ug/L pour des eaux
et 0.1 mg/kg m.s. pour des sols

Autres paramètres groupés: VOX et AOX

Nos procédés:

EOX eaux usées: selon NEN 6676, NEN 6402/C1, WAC/IV/B/010: LOQ <0.1 mg/L;

EOX eaux souterraines : selon NEN 6402/C1 en WAC/IV/B/010: LOQ <1.0 µg/L;

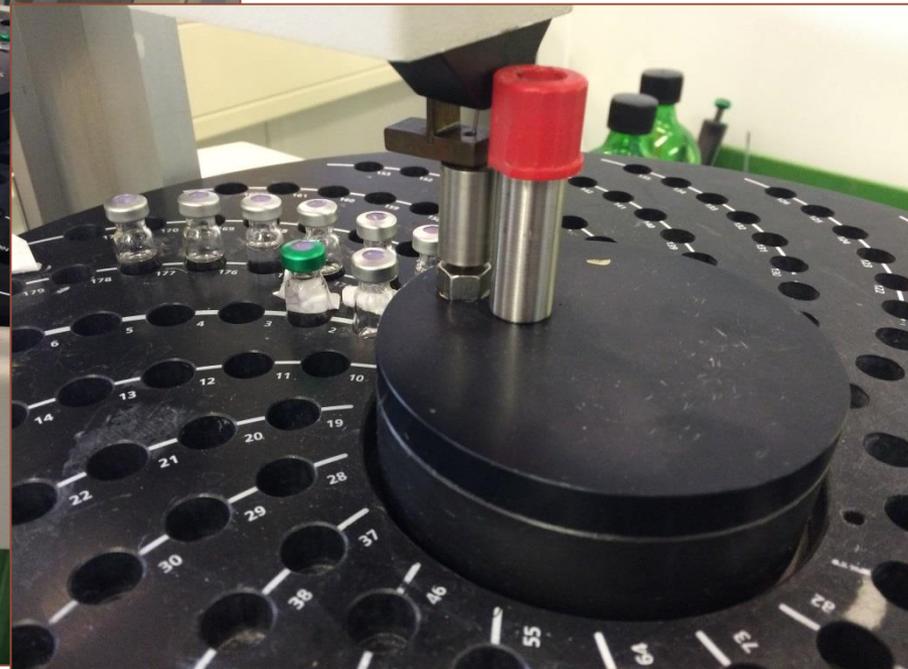
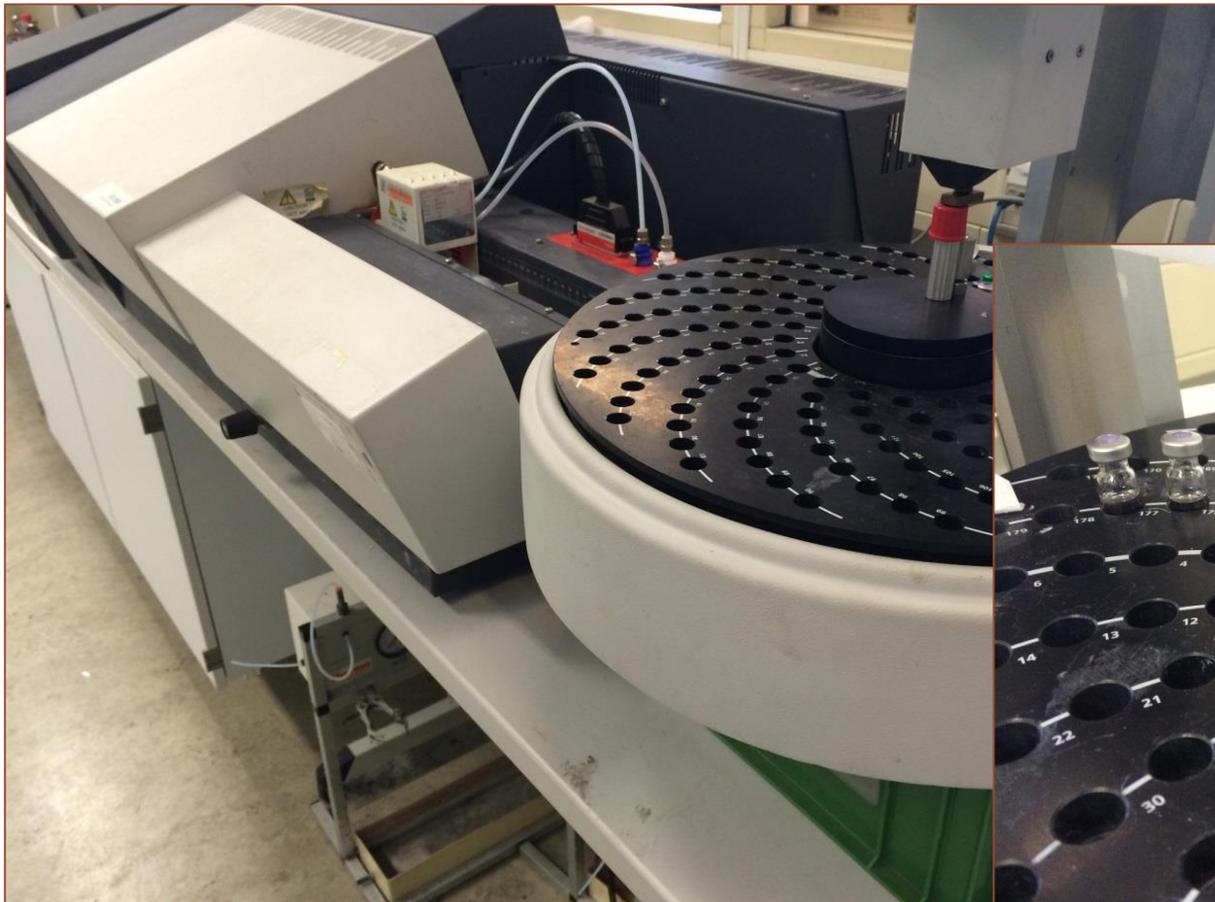
EOX sol : selon CMA/3/N [6.15], NEN 6979: LOQ <0,1 -1.0 mg/kg ms;

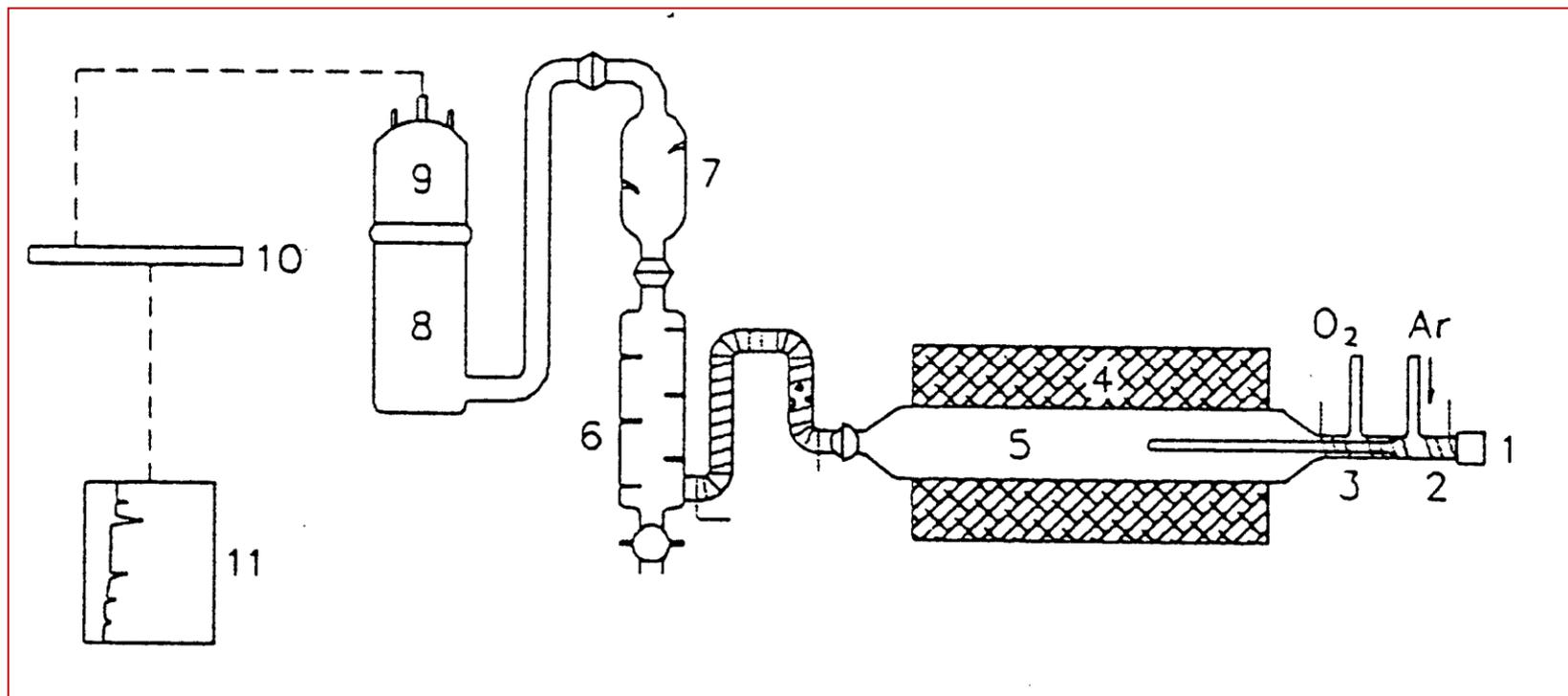
EOX matériaux AP04 (NL) selon AP04-SG, AP04-SB et NEN 6979;

Microcoulométrie: EOX/POX/AOX ECS 3000



Notre ECS 3000 pour l'analyse EOX





1 L'orifice d'injection

2 l'entrée argon

3 l'entrée d'oxygène

4 four

5 tube (quartz)

6 laveur gaz (acide sulfurique)

7 splash head

8 cellule de titrage

9 électrodes

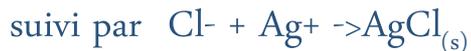
10 microcoulométrie

11 ordinateur

Quelques détails du ECS3000



Extraction avec acetone(Sol) et hexane (Eaux) et diluant avec un bas point d'ébullition, concentrer par évaporer, mesure avec coulométrie;



Principe: selon la loi de Faraday : la quantité requise de la courant pour résoudre l'argent d'électrode c'est léquivalent de la quantité chlorure;

Le montant de Cl^- par molécule varie; heptachlore:7Cl

Para chlorophenol:1Cl

EOX dans des eaux: mesuré 2 fois; pH acide et pH de base; dans sols avec le pH d'échantillon.

Diverses substances:

Chlore libre (Javel et Cl_2);

Des alcalis et des acides (par exemple: chlorophénols et chloro analines);

neutral/non polaire substances et des champignons contenant du chlore: des eaux nettoyage par extraction; des sols nettoyage avec l'eau;

Volatiles ou Org. Halogènes purgeables. Chlorobenzènes
(mono,di et tri) contribuent a VOX, EOX et AOX!

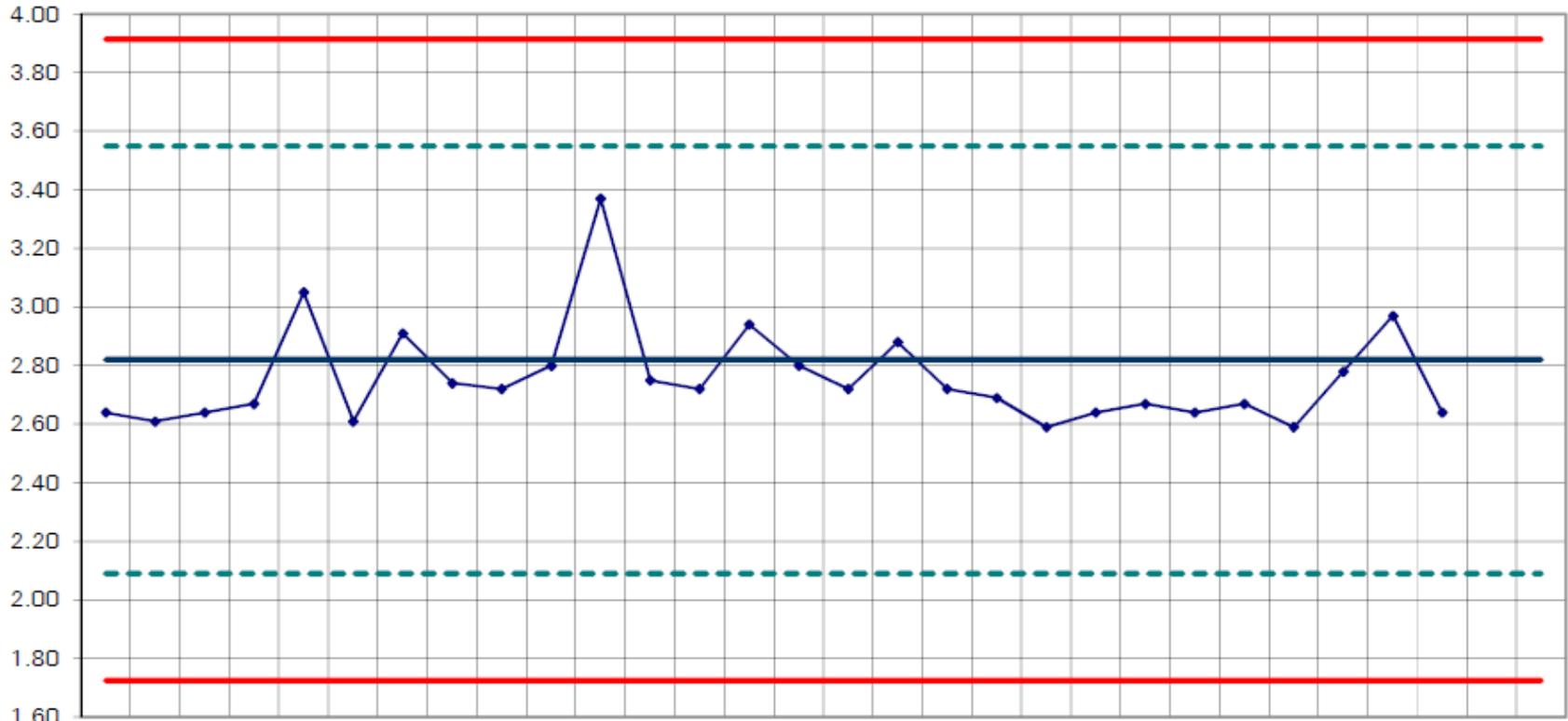
Avec les trois méthodes VOX/EOX/AOX il y a donc un chevauchement.

En Flandres: total_OX=AOX!

Préférence pour l'analyse spécifique comme OCP,PCP etc.

Tres critique; température de combustion et le degré de l'oxygène.

Le procédé est utilisé pour des valeurs hautes comme des carburants. Dans l'environnement le procédé a perdu un l'attention cause par la difficulté de tracer la pollution et de la insensibilité dans le cadre des autres normes.



Betreeft:	Resultaat:
EOX3_0821_1	2.64
EOX3_0821_1	2.61
EOX3_0825_1	2.64
EOX3_0826_1	2.67
3_0831	3.05
3_0902	2.61
EOX3_0903_1	2.91
3_0904	2.74
3_0907	2.72
EOX3_0908_1	2.80
EOX3_0909_1	3.37
EOX3_0910_1	2.75
EOx3_0911_1	2.72
EOX3_0914_1	2.94
EOX3_0916_1	2.80
EOX3_0917_1	2.72
EOX3_0921_1	2.88
EOX3_0924_1	2.72
EOX2_0925_1	2.69
EOX3_0928_1	2.59
	2.64
EOX2_0930_1	2.67
EOX3_1001_1	2.64
EOX3_1002_1	2.67
EOX3_1005_1	2.59
EOX3_1006_1	2.78
EOX3_1007_1	2.97
EOX3_1008_1	2.64

Nouveaux développements. Combustion IC:

Technique de combustion d'EOX et mesure par chromatographie ionique;

Avantage: détermination de tous les halogènes;

Seulement disponible pour déchets et solides.



*L'utilisation de Florisil™ (nettoyage) avant d'analyser les
HCT's*

Méthodes d'analyses Hydrocarbures:

GRO& DRO EPA SW 846 8015; clean-up on silica or Florisil™

Hydrocarbures (C10-C40)

Sol: NEN-EN-ISO 16703 (LR = 50 mg/kg ms)

Eaux: NEN-EN-ISO 9377-2 (LR = 100 ug/L)

C10-C40 : GC-FID avec le nettoyage Florisil™

Florisil™

 eurofins

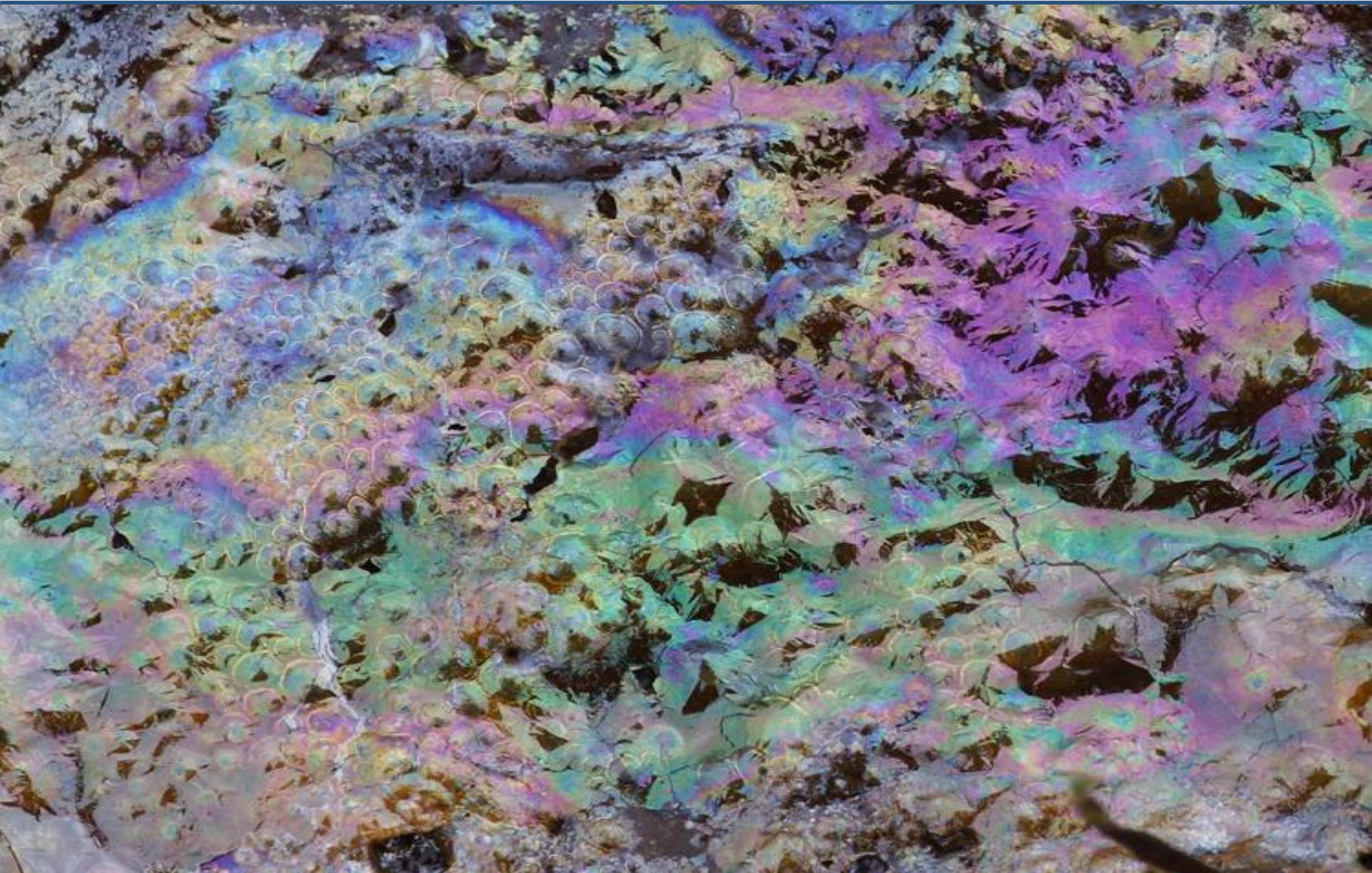
— analytico®



Florisil™

 eurofins

— **analytico**®

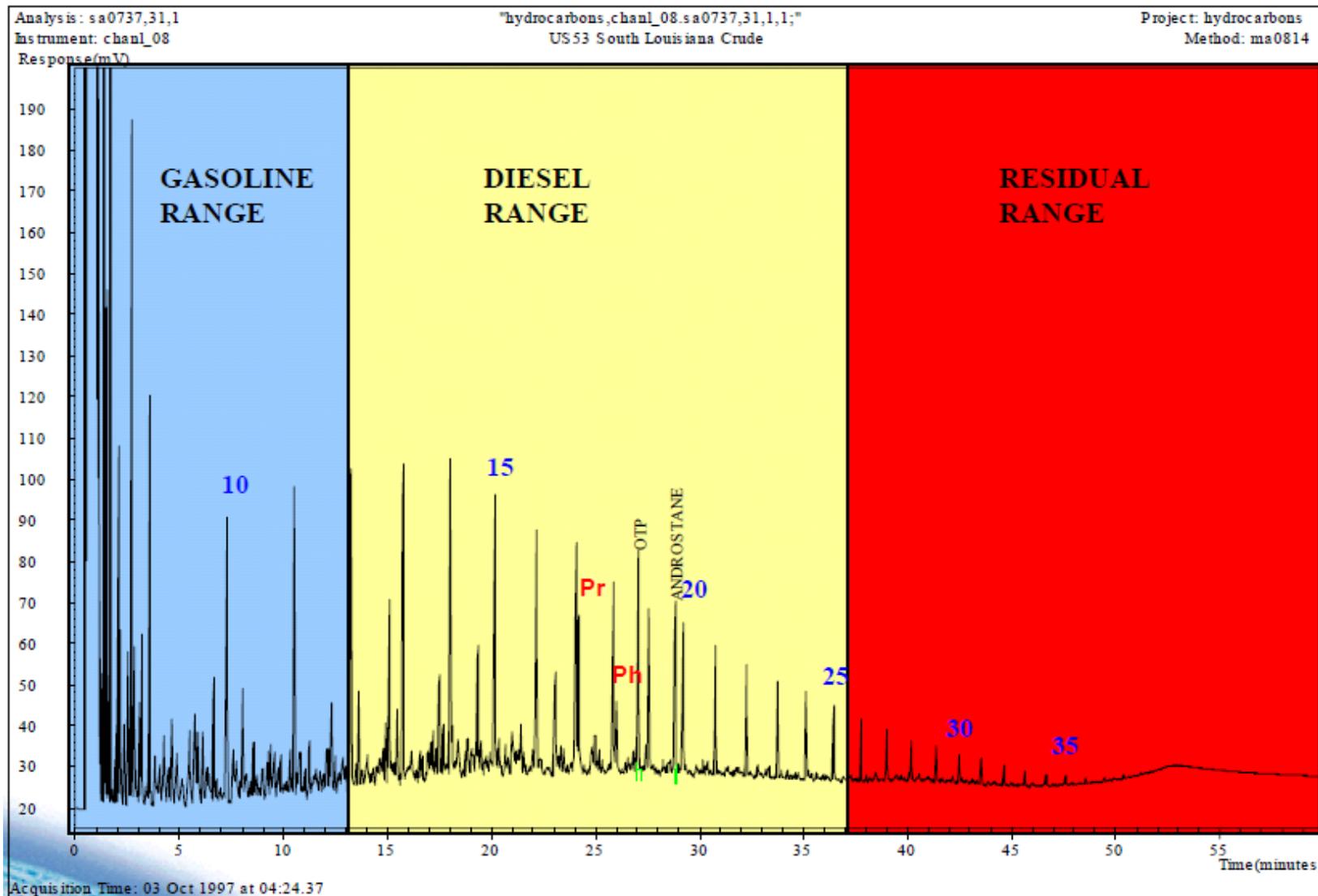


Florisol™

 eurofins

— **analytico**®





Organiques non pétroliers élues dans des gammes de HCT

Interférences potentielles peuvent comprendre:

- Matières organiques naturelles
- Terpènes
- Huiles végétales / matières grasses (Animaux)
- Phthalates
- Hydrocarbures chlorés
- Phénols, acides organiques

HCT nettoyage: Objectif: enlever la matière d'origine naturelle et les graisses organiques avec

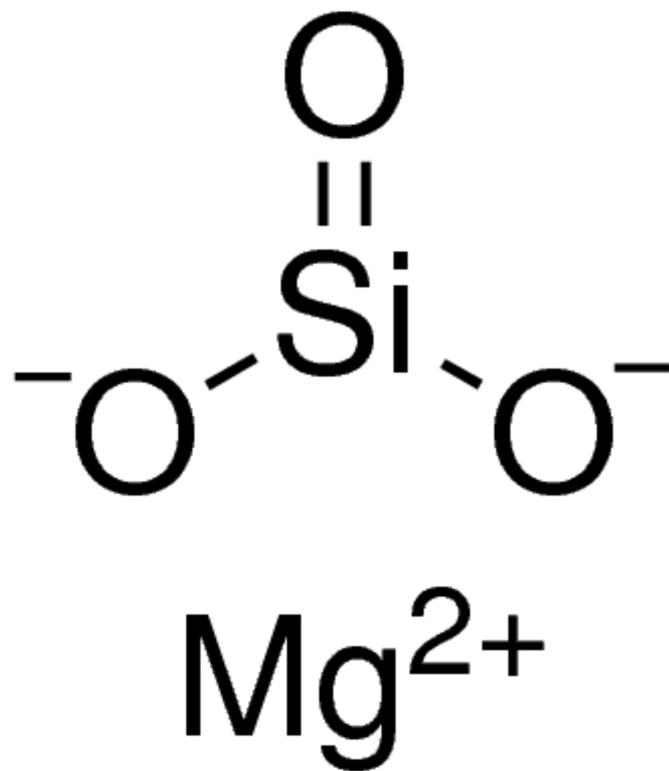
- Florisil[™]
- Silica

Désavantage réduction de la présence des HCTs et les HAP!

TABLE 3. Effect of Silica Gel on Removing Biogenic Hydrocarbon Interferences from Vegetative Materials (Freon-113 Extracts)^a
TPH concentrations given in ppm (mg/kg)

Vegetable Material	Prior to Addition of Silica Gel	After First Addition of Silica Gel	After Second Addition of Silica Gel	After Third Addition of Silica Gel
Fresh pine needles	16,000	1,700	1,400	—
Pine bark	2,400	380	370	—
Pine needle compost	1,200	70	67	—
Maple tree seeds	7,100	1,600	1,500	—
Oak leaves dried	18,000	4,800	4,600	—
Grass, dried	14,000	4,500	2,700	2,600
Gall nuts	9,700	4,500	1,300	1,200

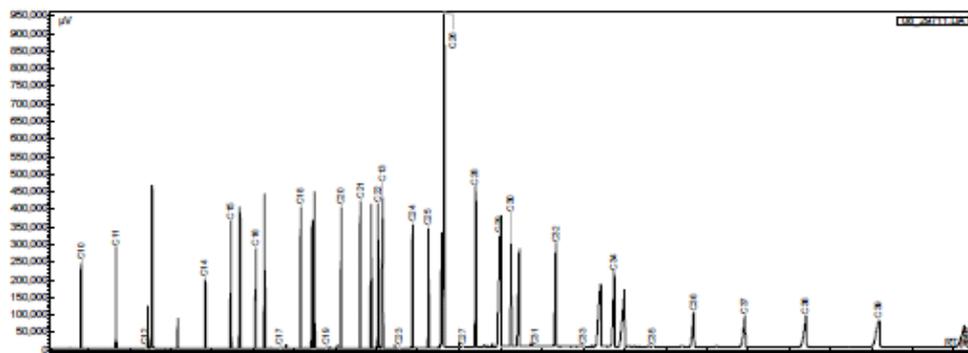
^a Source: Data from "EPA Method 418-1 Total Recoverable Petroleum Hydrocarbons by IR", *Groundwater Analytical Bulletin*, (Buzzards Bay: Groundwater Analytical Inc. 1991).



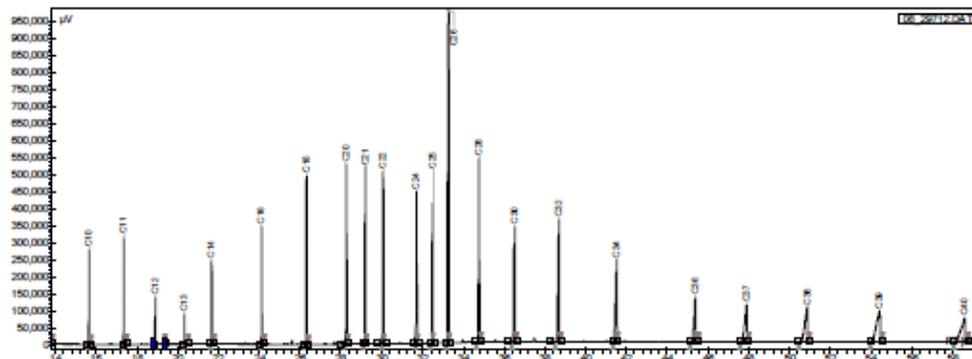


Efficiency Silicagel split procedure

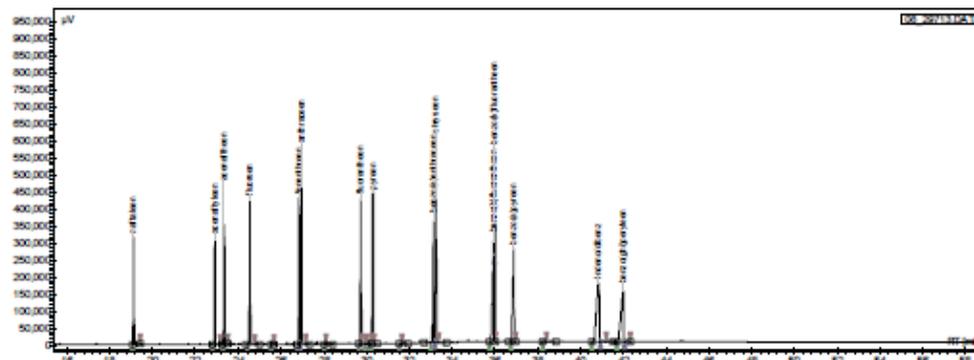
1. Chromatogram mixture n-alkanes/16 EPA PAH before Silicagel cleanup



2. Chromatogram n-Alkanes in aliphatic fraction after Silicagel cleanup

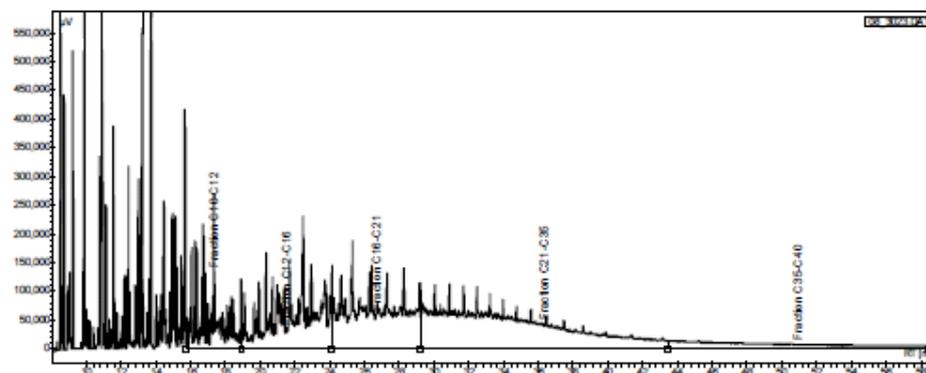


3. Chromatogram PAH's in aromatic fraction after Silicagel cleanup

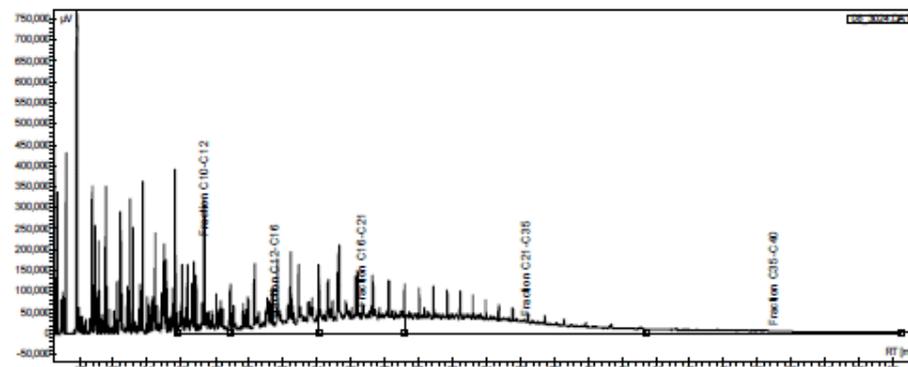


Crude oil:

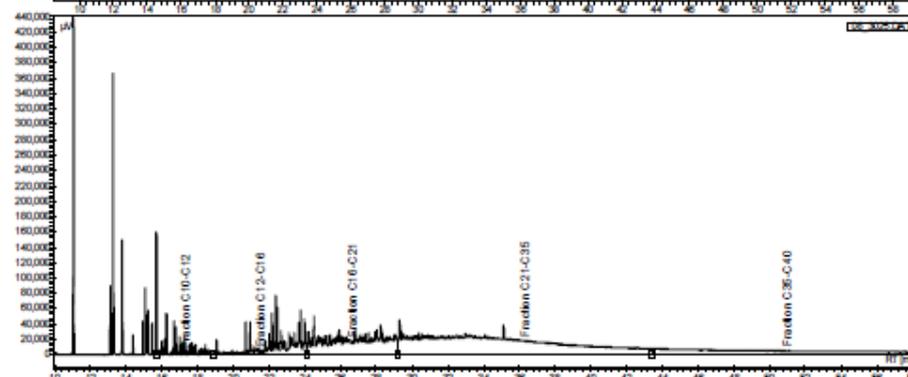
1. Crude oil (10 mg/ml):
before Silicagel cleanup



2. Crude oil: aliphatic
fraction after Silicagel
cleanup



3. Crude oil: aromatic
fraction after Silicagel
cleanup



Efficiency (%) = 100 * (amount
aliphatics+ amount aromatics)/(total oil
content) =
103 %

