



CHALMERS

Analys av använt lösningsmedel för återanvändning med GC-FID

Examensarbete inom högskoleingenjörsprogrammet kemiteknik
15 hp

Ida Grundberg
Hannah Svanberg

INSTITUTIONEN FÖR KEMI OCH KEMITEKNIK

CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2024
www.chalmers.se

Analys av använt lösningsmedel för återanvändning med GC-FID

©Ida Grundberg, Hannah Svanberg; 2024

Handledare: Christian Åkesson, Matilda Danielsson; BIM Kemi
Examinator: Per Malmberg; Institutionen kemi och kemiteknik

Examensarbete inom högskoleingenjörsprogrammet 2024 [KBTX11]
Institutionen för kemi och kemiteknik
Avdelningen för kemi och biokemi
Chalmers Tekniska Högskola
SE-412 96 Göteborg



CHALMERS

Förord

Först och främst vill vi tacka BIM Kemi för möjligheten att göra vårt examensarbete hos er och få en inblick i er verksamhet. Vi vill även tacka våra fantastiska handledare Christian Åkesson och Matilda Danielsson för er kunskap och vägledning, utan er hade detta inte varit möjligt! Slutligen vill vi tacka Per Malmberg som har agerat examinator för vårt examensarbete.

Sammanfattning

Examensarbetet är ett samarbete med BIM Kemi och syftet är att analysera lösningsmedel som har använts i en extraktion i instrumentet Soxtec 2050, för att undersöka om lösningsmedlet är lämpligt att återanvända i fler extraktioner eller om det blir kontaminerat. Fördelarna med återanvändning inkluderar minskad kostnad, exponering och avfall samt minskad miljöpåverkan.

De lösningsmedel som analyserades var en blandning av cyklohexan:acetone (9:1). Båda lösningsmedlen är lättflyktiga och lämpar sig för extraktion av organiska föreningar. Extraktionen gjordes i ett Soxtec-instrument som utför en Soxhlet-extraktion. Det användes tre typer av provmaterial till extraktionerna; vax, pappersmassa och avsättningar. Lösningsmedlet analyserades i Gas Chromatography - Flame Ionizing Detector (GC-FID). Kromatogrammen från GC-FID kvantifierades och föroreningarnas area användes för att beräkna kontamineringsgrad.

Resultaten visade att proven som använt pappersmassa och vax var mindre kontaminerade än rent lösningsmedel. Resultaten visade även att återanvändning av lösningsmedel hade en positiv effekt på renhetsgraden. När avsättningar använts som provmaterial blev lösningsmedlet mer kontaminerat än proverna med vax och pappersmassa, dock är halten fortfarande låg och därför bör man inte utesluta att lösningsmedlet kan återanvändas.

Slutsatsen av examensarbetet är att återanvändning av lösningsmedel är lämpligt för pappersmassa och vax. Detta innebär att en stor mängd lösningsmedel kan sparas vilket är positivt ur ett ekonomiskt och ett miljömässigt perspektiv.

Abstract

The degree project is a collaboration with BIM Kemi and the purpose is to analyze solvents that have been used in an extraction in Soxtec, to investigate whether the solvent is suitable to be reused in more extractions or whether it becomes contaminated. The benefits of reuse include reduced cost, exposure and waste as well as reduced environmental impact.

The solvents analyzed were a mix of cyclohexane:acetone (9:1). Both solvents are volatile and suitable for extraction of organic compounds. The extraction was done in a Soxtec instrument that performs a Soxhlet extraction. Three types of sample material were used for the extractions: wax, pulp and deposits. The solvent was analyzed in Gas Chromatography - Flame Ionizing Detector (GC-FID). The chromatograms from the GC-FID were quantified and the area of the impurities was used to calculate the degree of contamination.

The results showed that the samples that used pulp and wax were less contaminated than pure solvent. The results also showed that reuse of solvents had a positive effect on the degree of purity. When deposits were used as sample material, the solvent became more contaminated than the samples with wax and pulp, however, the content is still low and therefore it should not be ruled out that the solvent can be reused.

The conclusion of the thesis is that solvent reuse is suitable for pulp and wax. This means that a large amount of solvent can be saved, which is positive from an economic and an environmental perspective.

Innehållsförteckning

1. INLEDNING	1
1.1 SYFTE	1
1.2 FRÅGESTÄLLNINGAR	1
1.3 AVGRÄNSNING	1
2. BAKGRUND	2
2.1 LÖSNINGSMEDEL	2
2.1.1 Aceton	2
2.1.2 Cyklohexan.....	3
2.1.3 Förbrukning av lösningsmedel på BIM Kemi.....	3
2.2 PROVMATERIAL	3
2.2.1 Vax	3
2.2.2 Pappersmassa	3
2.2.3 Avsättning	3
2.3 LÖSNINGSMEDELSEXTRAKTION	4
2.4 SOXTEC	4
2.5 GASKROMATOGRAFI	5
2.5.1 Flame Ionizing Detector.....	5
2.5.2 Kromatogram.....	6
2.6 EXTERNSTANDARD	6
3. METOD	7
3.1 EXTRAKTION	7
3.2 KONCENTRERING OCH EXTERNSTANDARD	8
3.3 ANALYS MED GC	8
3.4 BERÄKNING.....	9
4. RESULTAT	10
4.1 KONCENTRATIONSFAKTOR.....	10
4.2 EXTRAKTIONSHALT OCH FÖRLORAT LÖSNINGSMEDEL.....	10
4.3 KROMATOGRAM	12
4.3.1 Rent lösningsmedel	13
4.3.2 Blankprov.....	14
4.3.3 Vaxprov	15
4.3.4 Pappersmassaprov.....	16
4.3.5 Avsättningsprov.....	17
4.4 FÖRORENINGSGRAD	18
5. DISKUSSION	19
5.1 KONTAMINERING OCH ÅTERANVÄNDNING	19
5.2 FÖRLORAT LÖSNINGSMEDEL	20
5.3 FORTSÄTTA STUDIER OCH FÖRBÄTTRINGSOMRÅDEN	20
6. SLUTSATS	21
7. REFERENSER	22
8. BILAGOR	24

1. Inledning

BIM Kemi är ett familjeägt företag som brinner för grön kemi och inriktar sig mot pappers- och pappersmassaindustrin. [1] Deras kundservicelaboratorium utför en mängd laborativa analyser internt samt för deras kunder. [2] En vanlig metod som genomförs i laboratoriet är extraktion i ett Soxtec-instrument, som används för att extrahera organiska ämnen inför analys. Vid en extraktion används mellan 70 till 420 mL lösningsmedel och detta görs en till flera gånger per vecka. [3]

Vid återanvändning av lösningsmedel minskar behovet av att köpa in nytt, vilket är ekonomiskt fördelaktigt för företaget. Dessutom minskar risken för exponering av kemikalierna vid tillverkning, hantering och leverans. En annan fördel med att minska förbrukningen av lösningsmedel är att mängden avfall som behöver hanteras minskar och därmed transport till destruktion. Det är fördelaktigt ur miljösynpunkt eftersom transportsektorn bidrar avsevärt till utsläppen av växthusgaser. I Sverige kan ungefär en tredjedel av alla växthusgasutsläpp tillskrivas inrikestransport, där 90 % kommer från vägtrafik. [4]

Världen står inför en stor klimatkris där uppskattningar visar att i slutet av detta århundrade kommer jordens medeltemperatur ökat mellan 1,4–4,4 grader. Detta kommer leda till extrema väderhändelser och stort mänskligt lidande. Parisavtalet som skrev 2015 av FN syftar till att hindra medeltemperaturen att överstiga 1,5 grader. För att uppnå detta mål har man kommit överens om nettonollutsläpp senast år 2050. Varje land är skyldigt att minska sina växthusgasutsläpp efter sin kapacitet. [5] För att Sverige ska uppnå detta mål krävs det att både företag och privatpersoner gör sitt yttersta. I slutändan gör alla förändringar, även dem små, skillnad.

Genom att återanvända samma lösningsmedel från extraktion ett flertal gånger kan förbrukningen minska avsevärt. Om lösningsmedel återanvänds tre gånger och förlusten per extraktion är 10 %, blir åtgången av lösningsmedel endast en tredjedel av nuvarande förbrukning. Det som bör utredas innan återanvändning sker är om extraktionen kontaminerar lösningsmedlet och eventuellt påverkar tillförlitligheten vid analys av extraktet.

1.1 Syfte

Syftet med studien är att analysera lösningsmedel som har använts i en Soxtec-extraktion för att kvantifiera kontamination av organiska föreningar och undersöka om lösningsmedlet är lämpligt att återanvända i fler extraktioner.

1.2 Frågeställningar

- Är lösningsmedlet kontaminerat eller kan det återanvändas?
- Hur mycket lösningsmedel går förlorat under extraktion av organiska ämnen?

1.3 Avgränsning

En avgränsning är att endast tre olika fasta materialtyper kommer användas vid extraktionerna. Den andra avgränsningen är att proverna enbart kommer att analyseras med GC-FID.

2. Bakgrund

I detta avsnitt presenteras examensarbetets bakgrund, företagsinformation och förklaring av ämnesrelaterade begrepp.

Examensarbetet är ett samarbete med BIM Kemi i Stenkullen. Företaget fokuserar på grön kemi och tillverkar specialkemikalier till deras kunder inom pappers- och pappersmassaindustrin. I BIM Kemis laboratorium genomförs utredande analyser av prover som skickas in från deras kunder. En av analysmetoderna är extraktion i ett Soxtec-instrument där lösningsmedel används. Examensarbetet undersöker om lösningsmedlet kan återanvändas till fler extraktioner för att minska miljöpåverkan och kostnad.

2.1 Lösningsmedel

Ett lösningsmedel är en substans, oftast i vätskefas, som löser upp fasta ämnen och bildar en homogen lösning. Det finns två huvudgrupper av lösningsmedel; polära och opolära. De polära lösningsmedlen innehåller molekyler med asymmetrisk elektrisk fördelning. Det polära lösningsmedlet löser upp andra polära ämnen genom att attrahera komponenter av motsatt laddning och skapa dipol-dipolbindningar eller vätebindningar. Ett opolärt lösningsmedel har jämnare fördelning av elektrisk laddning och reagerar med andra opolära ämnen genom van der Waals- krafter. Skillnaden i styrkan av de intermolekylära krafterna resulterar i en stor skillnad mellan lösningsmedelsgrupperna och de skapar en emulsion vid blandning. Lösningsmedel kan även delas in i aprotiska och protiska lösningsmedel, där protiska donerar vätejoner och aprotiska accepterar vätejoner. [6]

2.1.1 Aceton

Aceton, C_3H_6O , är en lättflyktig, genomskinlig kemikalie som är flytande i rumstemperatur och har en distinkt lukt och smak. Kemikalien har en kokpunkt på $56\text{ }^\circ\text{C}$, avdunstar snabbt och är brandfarlig. Acetonmolekylen är den enklaste formen av keton, där en syreatom har en dubbelbindning till det andra kolet i en propanmolekyl. Strukturen på molekylen innebär att aceton är en polär molekyl vilket gör att den lämpar sig som ett polärt aprotiskt lösningsmedel. [7] Aceton används ofta som lösningsmedel för bland annat fetter, vaxer, hartser och lim. [8] Vid tillverkning av aceton används främst kumenprocessen, där kumen (isopropylbensen) oxideras till väteperoxid som sedan ger fenol och aceton. [9]

Aceton är ett lämpligt lösningsmedel att använda, eftersom de inte har några kända negativa effekter på miljön. Det bidrar varken till mer koldioxidutsläpp eller ozonbildning i atmosfären och har en väldigt kort halveringstid vilket innebär att det snabbt bryts ner. [10] Vid hög exponering kan det irritera andningsorgan och ögon, samt orsaka huvudvärk och yrsel. [11]

2.1.2 Cyklohexan

Cyklohexan, C_6H_{12} , är en färglös och lättflyktig kemikalie som har en svag lukt av bensen. Kemikalien är ett ringformat kolväte med sex kolatomer som endast består av enkelbindningar, detta gör den opolär och olöslig i vatten. Kokpunkten är 80,7 °C. Cyklohexan har många användningsområden som exempelvis lösningsmedel, färgborttagning, tillverkning av nylon och även tillverkning av andra kemikalier. Kemikalien används som lösningsmedel för till exempel fetter, hartser, cellulosätrar, vaxer och oljor. När bensen hydreras katalytiskt i vätske- eller gasfas bildas cyklohexan. Den vanligaste katalysatorn som används är Raneynickel. Cyklohexan kan också utvinnas från destillerat petroleum. Vid destilleringen fraktioneras nafta som innehåller cyklohexan som sedan kan superfraktioneras och renas ytterligare. [12]

Cyklohexan har ingen stor effekt på miljön på grund av dess korta halveringstid, men har flertal negativa hälsoeffekter vid inandning och hudkontakt såsom huvudvärk, skakningar, kramper och ögonskador. [13]

2.1.3 Förbrukning av lösningsmedel på BIM Kemi

För extraktion i Soxtec förbrukas det i snitt 210 mL cyklohexan:acetone (9:1) i veckan hos BIM Kemi, vilket blir 10,5 liter under ett arbetsår. Detta är endast en uppskattning och kan därför skilja sig från den verkliga åtgången. Priset på acetone och cyklohexan är 298,9 kr/liter samt 541,6 kr/liter vilket leder till en årsförbrukning på 5432 kr. [14]

2.2 Provmaterial

2.2.1 Vax

Vaxer är organiska ämnen som tillhör gruppen lipider och är föreningar av fettsyror och alkoholer. Det finns flera olika typer av vax såsom vegetabiliska, animaliska, mineral och syntetiska vaxer. Gemensamt för alla vaxer är att de är opolära, formbara, brännbara och ofta luktlösa. Mineralvax är mättade kolväten och delas in i olika handelsvaror. En av dessa är mikrokristallina vaxer som bland annat används till tunt överdragsskikt på papper och kartong. Paraffinvax är också en handelsvara som används som polermedel för att göra trä mer hydrofob. [15]

2.2.2 Pappersmassa

Pappersmassa framställs av ved från olika träslag och består till största del av cellulosa-fibrer. I Sverige tillverkas pappersmassa framför allt genom två metoder, en mekanisk och en kemisk. Från mekanisk tillverkning bildas nästan all ved till pappersmassa medan den kemiska framställningen endast kan utvinna hälften av veden till pappersmassa. En annan skillnad mellan metoderna är att pappret som tillverkas av mekanisk pappersmassa är mindre starkt och kan inte heller blekas på samma sätt som kemisk pappersmassa. Den metod som används mest i Sverige är sulfatmassaprocessen vilket är en kemisk metod där veden kokas med basiska kemikalier och kan tillämpas på alla träslag. [16]

2.2.3 Avsättning

Avsättningar bildas i papper- och pappersmassaindustrin och består av hydrofoba substanser som vanligtvis innehåller kalciumkarbonat, extraktivämnen och klibbiga material som lim och

tejprenser. Vilka komponenter avsättningarna består av beror på vilken råvara och tillsatser som använts i processen. Avsättningar skapar problem genom att de fastnar på utrustning och försämrar effektiviteten samt kvalitén på slutprodukterna. [17]

2.3 Lösningssmedelsextraktion

Lösningssmedelsextraktion är en välkänd metod som används för att överföra ett eftersökt ämne från ett prov till en vätskefas. Syftet är att extrahera de extraherbara föreningarna från provet till vätskefas. Denna typ av extraktion används ofta som första steg i provberedningen vid analys av ett ämne. Det finns tre olika tekniker som kan användas vid lösningssmedelsextraktion; vätske-vätskeextraktion, gas-vätskeextraktion och fast-vätskeextraktion, vilken som används beror på vilken fas provet som ska extraheras har. [18]

2.4 Soxtec

Soxtec-instrumentet uppfanns under början av 70-talet och är en automatiserad Soxhlet-metod, vilket är en av de traditionella extraktionsmetoderna. [19] Soxhlet-extraktion användes tidigare för att bestämma fetthalten i mjölk, nu används det för att extrahera flera olika fasta provmaterial. Metoden är enkel och har många fördelar. Först förbereds provet och placeras i en hylsa som sedan placeras i Soxhlet-apparaten. Hylsan består av cellulosa och fungerar som ett filter som lösningssmedlet kan passera genom samt håller provet på plats. Lösningssmedlet i den nedre delen av apparaten hettas upp till kokpunkten och ångan stiger då den till övre delen där lösningssmedlet kommer att kondenseras. Kondensatet droppar genom provet och extraktet kommer följa med till den nedre delen. Detta upprepas tills fullständig extraktion uppnås. [20] [21]

Fördelen med Soxtec-instrumentet är att en mindre volym lösningssmedel används samt att extraktionstiden minskar avsevärt. En annan fördel är att det manuella arbetet minskar avsevärt. [22]

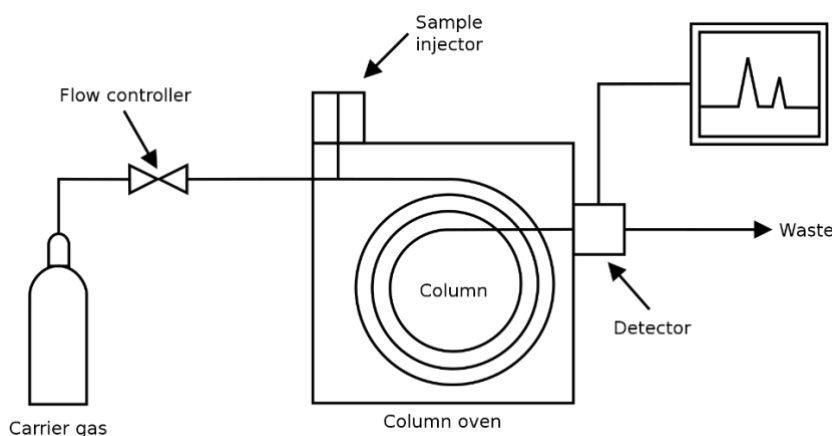
Soxtec-instrumentet som används på BIMs laboratorium är *Soxtec 2050* av märket FOSS. Instrumentet kan hantera olika lösningssmedel och samlar upp 70–80 % av lösningssmedlet efter extraktion. Lämpliga material som kan extraheras och analyseras med *Soxtec 2050* är bland annat livsmedel, fibrer, jord och kemiska produkter. De prover som analyseras vägs och läggs i cellulosahylsor för att sedan placeras i instrumentet med hjälp av en magnet. Maximalt kan sex prover testas samtidigt. Lösningssmedel tillsätts i extraktionskoppor, av aluminium eller glas. Glaskoppar lämpar sig inte vid användning av cyklohexan vilket innebär att endast aluminiumkoppor kommer användas i detta examensarbete. Det finns nio olika program i Soxtec men endast ett program kommer att användas under den laborativa delen. [23]

Extraktionen i Soxtec sker i två steg. Först kokas lösningssmedlet upp och provet sänks ner för att extrahera den extraherbara delen ur provet. I det andra steget kommer lösningssmedlet kondenseras och sköljas igenom provet, provet höjs upp ovanför lösningssmedlet i detta steg. Efter att extraktionen är klar samlas det kondenserade lösningssmedlet i ett uppsamlingskärl som sedan kan tömmas från sidan av Soxtec. Det lösningssmedel som finns kvar i extraktionskopparna avdunstar. [23]

2.5 Gaskromatografi

En gaskromatografi (GC) innehåller följande delar: bärgasförsörjning, flödesregulator, injektionsport, kolonn inuti en kolonnugn, detektor och datasystem, se figur 1. GC är en separationsmetod med två faser, den stationära faser och den mobila faser. Den stationära faser är en beläggning av ett fast ämne på insidan av kolonnen och den mobila faser är en lämplig gas. Provet som ska analyseras kokas och färdas med den mobila faser genom kolonnen, där ämnena i provet separeras baserat på hur de interagerar med den stationära faser och dess relativa ångtryck. Det är kolonnen som är den viktigaste delen i GC:n och den stationära faser är vanligtvis smält kiseldioxid. Fördelarna med att använda GC är att det är en metod som är snabb, effektiv och tillförlitlig. Dess noggrannhet är hög med en relativ standardavvikelse på 1–5 %. Eftersom GC:n har en maxtemperatur på omkring 380 °C måste provet ha ett märkbart ångtryck vid denna temperatur. Detta leder till att prov som ska analyseras måste vara lättflyktiga. Fler begränsningar med metoden är att proverna inte får vara termiskt labila och att det inte är optimalt för att hantera stora provmängder. [24]

Instrumentet som används är av märket Agilent och modellen 8860 GC System. Den lågpolar kolonnen i GC:n är 15 meter lång, 0,25 mm i diameter och har en 0,1 µm tjock stationär fas av kiseloxid och polyimid. Maxtemperaturen är 380–400 °C. Till instrumentet används en programvara som heter Clarity, där instrumentet styrs och resultaten av analysen hamnar.



Figur 1. En schematisk bild på en GC. Från [25]. CC0

2.5.1 Flame Ionizing Detector

Flame Ionizing Detector (FID) är en detektor till GC som detekterar föreningar. Det går att identifiera föreningar genom att jämföra dess retentionstid med antingen en känd standard eller ett retentionsindex. [26] Utflödet från kolonnen förbränns i en flamma av väte och syre vilket producerar joner som bildar en signal av elektrisk ström. Detektorn mäter den elektriska strömmen och detta ger en signal. [27] Signalen visas som ett kromatogram, där olika toppar representerar olika ämnen i proverna. Var på kromatogrammet ett ämne hamnar beror på dess egenskaper och hur det interagerar med den stationära faser i kolonnen. [21]

2.5.2 Kromatogram

En lämplig detektor placeras i slutet av kolonnen för att enkelt kunna analysera ett prov. De molekyler som interagerar med den stationära fasen kommer att elueras senare ur kolonnen. En kurva från detektorn visas i ett kromatogram där varje topp är ett ämne eller molekyl från blandningen. Ett ämnes retentionstid är tiden det tar för ämnet att passera kolonnen och detekteras i kromatogrammet. [21] Retentionstid är ett viktigt verktyg för att identifiera komplexa ämnen i kromatografi, dock kan retentionstiden ändras i gaskromatografi med temperatur och tryck. [28]

Vid kända förhållanden är den mängd bärgas som krävs för att eluera ett ämne från en kolonn speciell för det ämnet och låter sig inte påverkas av andra ämnen i provet. Därför är tiden från injektion till toppens högsta punkt specifik för ett ämne eller en förening. Detta gör att topparna i ett kromatogram går att identifiera genom att jämföra med kända ämnens retentionstid. [29]

Storleken på den topp som genereras är proportionell mot koncentrationen av det ämne som toppen representerar. Arealen på topparna i ett kromatogram integreras vanligtvis automatiskt i programvaran. [29]

2.6 Externstandard

Vid standardisering kan det användas en eller flera externa standarder med känd koncentration. En externstandard förbereds enskilt och tillsätts till det prov som ska analyseras. Genom att koncentrationen är känd för externstandarderna kan halten av övriga ämnen bestämmas. [21]

3. Metod

Metoden består av fyra delar. Proverna som ska analyseras är använt lösningsmedel från laborationsfasens första del där tre olika materialtyper extraheras i Soxtec. I den andra delen koncentreras proverna och en externstandard tillsätts. Den tredje delen är analys med GC-FID och den sista delen är beräkningar.

3.1 Extraktion

Provmaterial vägdes upp och tillsattes i extraktionshylsor av cellulosa och placerades sedan i Soxtec. Det testades tre typer av material; vax, pappersmassa och avsättningar (se tabell 1). Massan som vägdes upp varierade mellan 1–2 gram och antalet extraktionshylsor per extraktion var antingen två eller sex. När avsättningar vägdes upp användes olika massor i extraktionshylsorna, där vikterna varierade mellan 1,9–7,9 gram. Se bilaga 1 för vikt per extraktionshylsa i prov 2.

Tabell 1: Provmaterial till extraktion i Soxtec.

Namn	Typ av material	Vikt	Antal extraktionshylsor
Prov 1	Vax	1 g	2
Prov 2	Avsättningar	1,9–7,9 g	6
Prov 3	Vax	2 g	2
Prov 4	Pappersmassa	2 g	2
Prov 5	Pappersmassa	2 g	6
Prov 6	Pappersmassa	2 g	6
Prov 7	Pappersmassa	2 g	6
Prov 8	Vax	2 g	6
Prov 9	Vax	2 g	6
Prov 10	Vax	2 g	6
Prov 11	Vax	2 g	6

Två eller sex aluminiumkoppor torkades i ugn i 100 grader under tio minuter och efter de svalnat tillsattes 70 mL av lösningsmedlet cyklohexan:acetone (9:1) till varje kopp. Antalet aluminiumkoppor var samma som antalet extraktionshylsor. Efter lösningsmedlet hade tillsatts sattes aluminiumkopporna in i Soxtec och programmet startades. Programmet som användes innehåller fyra steg. Först kokas provet under 20 minuter i 177 °C och därefter följer en timmes sköljning. Det tredje steget är återhämtning under 35 minuter i 18 °C. Sista steget kallas företorkningssteg och pågår i tio minuter. Det kördes även två separata blankprov med rent lösningsmedel genom Soxtec med 70 mL lösningsmedel per aluminiumkopp. Då användes inga

extraktionshylsor med provmaterial. Blankprov 1 var det första av alla prov som testades och blankprov 2 var det sista.

Efter extraktionen tömdes det använda lösningsmedlet till ett mätglas för att mäta hur stor förlusten av lösningsmedlet var. I några prover återanvändes det tömda lösningsmedlet för att se hur det skilde sig i renhet från de prov som använt nytt lösningsmedel. Lösningsmedlet från prov 6 återanvändes i prov 7 och i prov 9, 10 och 11 användes lösningsmedlet från det föregående provet. Eftersom det blev förluster i processen användes nytt lösningsmedel för att täcka mellanskillnaden.

Efter varje extraktion togs 1 mL av det tömda lösningsmedlet och tillsattes i en GC-vial för att analyseras i GC-FID. Efter extraktionen ligger det extraherade ämnet kvar i aluminiumkopporna och därför vägdes kopporna innan och efter extraktionen för att beräkna extraktionshalten.

3.2 Koncentrering och externstandard

Åtta prover koncentrerades i en rullindunstare för att koncentrera provet då det var för utspätt för att analysera direkt. De prover som indunstades var prov 1, 2, 3, 4, 11, blankprov 1 och 2 samt rent lösningsmedel. Proverna koncentrerades med en faktor på tio och volymen mättes upp efter rullindunstningen för att kunna beräkna den exakta koncentrationsfaktorn. 1 mL av det koncentrerade provet tillsattes i en GC-vial och resterande sparades i en 30 mL-vial.

En externstandard förbereddes för att kvantifiera och jämföra en känd mängd i kromatogrammet med övriga toppar. Oktanol användes som externstandard eftersom dess topp på kromatogrammet inte sammanföll med topparna från proverna. Koncentrationen var 0,5 µl/mL. Åtta nya GC-vialer togs fram och till varje vial tillsattes 900 µl av ett koncentrerat prov och 100 µl av externstandard. I varje GC-vial var koncentrationen av externstandard 0,05 µl/mL.

3.3 Analys med GC

Två sekvenser användes vid analys i GC-FID, se bilaga 2 och 3. Den andra sekvensen användes för att toppar från föroreningar skulle bli mer separerade från lösningsmedelstopparna.

3.4 Beräkning

Kromatogrammen för de koncentrerade proverna med externstandard behandlades i programvaran Clarity så att de olika topparnas area blev separerade inför integreringen. Integreringen görs i programmet och ger arean av de olika topparna i kromatogrammen. Endast de koncentrerade proverna har tillräckligt stora toppar för att kunna kvantifieras. Eftersom koncentrationen oktanol i externstandard var känd divideras den med externstandardens area i kromatogrammen för att få ett jämförelsetal.

$$\text{Jämförelsetal} = \frac{C_{(\text{oktanol})}}{A_{(\text{externstandard})}}$$

Koncentrationen av föroreningar i proverna beräknades genom att multiplicera jämförelsetalet med föroreningarnas totala area. Föroreningarnas area är alla toppar i kromatogrammet som inte är lösningsmedel eller externstandard. Eftersom proverna var koncentrerade med en koncentrationsfaktor behövde de divideras med samma faktor. För att ta hänsyn till spädningen av provet med externstandard divideras det även med 0,9. Talet multipliceras sedan med 1000 för att få svaret i ppm.

$$\text{Koncentrationsfaktor} = \frac{V_{(\text{innan})}}{V_{(\text{efter})}}$$

$$\text{Förorening [ppm]} = \frac{A_{(\text{förorening})} \times \text{jämförelsetal}}{\text{konc. faktor} \times 0,9} \times 1000$$

Extraktionshalten för varje prov beräknades genom att den totala provmaterialsmassan efter extraktionen divideras med massan som vägts upp till extraktionshylsorna.

$$\text{Extraktionshalt} = \frac{\sum m_{(\text{efter})}}{\sum m_{(\text{innan})}} \times 100$$

För att beräkna hur stor del av lösningsmedlet som gått förlorat under extraktionen divideras det tömda lösningsmedlet med mängden tillsatt lösningsmedel.

$$\text{Förlorat lösningsmedel} = 1 - \left(\frac{V_{(\text{tömt})}}{V_{(\text{tillsatt})}} \right) \times 100$$

Hur mycket lösningsmedel som i snitt förlorades per prov beräknades genom att ta medelvärdet. Detta medelvärde användes sedan för att beräkna hur mycket som sparas vid återanvändning av ett lösningsmedel tre gånger.

$$\text{Medelvärde} = \frac{\sum \text{Förlorat lösningsmedel}}{\text{Antal prover}}$$

$$\text{Sparat lösningsmedel [\%]} = \frac{100 + \text{Medelvärde} \times 3}{4}$$

4. Resultat

I detta avsnitt presenteras resultaten från den laborativa delen. Först visas koncentrationsfaktorn, extraktionshalten och andel förlorat lösningsmedel. Sedan visas kromatogrammen från GC-FID och till slut föroreningsgraden på respektive prov.

4.1 Koncentrationsfaktor

Proverna koncentrerades för att topparna i kromatogrammet skulle kunna integreras i programvaran Clarity. Föroreningsgrad kan inte beräknas på de prov som inte har koncentrerats, utan i stället ges en visuell indikation genom att studera kromatogrammet.

Koncentrationsfaktorn som eftersträvades vid koncentrerings av proverna är tio, det är dock svårt att uppnå med exakt noggrannhet vid användning av en rullindunstare. I tabell 2 presenteras den faktiska koncentrationsfaktorn som varje prov har. Det är viktigt att ta hänsyn till denna vid beräkning av föroreningsgrad för varje prov, se avsnitt 4.4. Vid visuell jämförelse av proverna i kromatogrammen bör det tas hänsyn till att koncentrationsfaktorn skiljer sig mellan proverna och därmed blir topparna inte helt jämförbara.

Tabell 2. Koncentrationsfaktor efter indunstning.

Prov	Koncentrationsfaktor
Rent lösningsmedel	7,9
Blank 1	10,4
Blank 2	10,8
Prov 1	10,2
Prov 2	11,9
Prov 3	7,6
Prov 4	8,2
Prov 11	12,1

4.2 Extraktionshalt och förlorat lösningsmedel

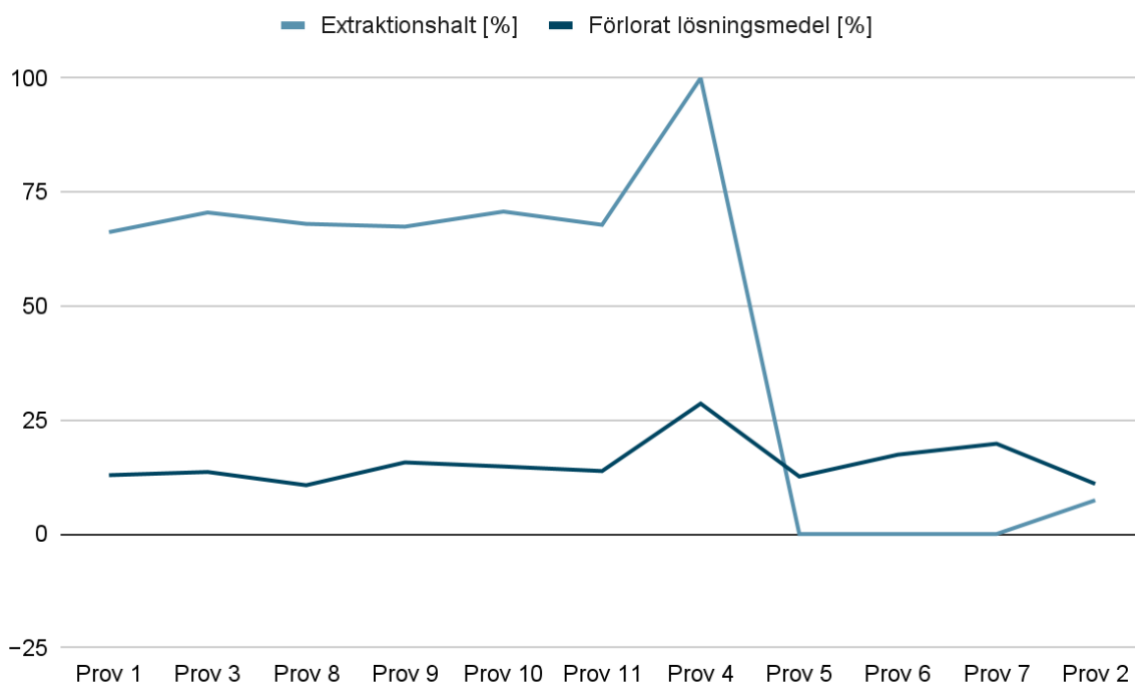
Extraktionshalten av provmaterialet beräknades för varje extraktion, se tabell 3. Vaxproverna har relativt lika extraktionshalt på ungefär 68 %. Extraktionshalten i prov 5–7 var noll vilket tyder på att den typen av pappersmassa hade låg halt extraktivämnen. Det gick inte att få en extrakthalt på prov 4 på grund av ett mätfel, men det är rimligt att anta att dess extrakthalt liknar de andra pappersmassaproverna.

Det finns inget tydligt samband mellan extraktionshalten och andelen förlorat lösningsmedel, se figur 2 nedan. Det blev en mindre förlust av lösningsmedel när blankprover kördes genom Soxtec än när provmaterial användes.

I snitt förlorades 15,5 % lösningsmedel per extraktion, vilket innebär att vid återanvändning av ett lösningsmedel tre gånger sparas 63,4 % av den totala mängden lösningsmedel som annars hade förbrukats. Under ett år sparar BIM Kemi 3444 kr på att återanvända samma lösningsmedel tre gånger.

Tabell 3. Procentuell extraktionshalt och förlorat lösningsmedel från varje extraktion.

Namn	Typ av prov	Extraktionshalt [%]	Förlorat lösningsmedel [%]
Prov 1	Vax	66,2	12,9
Prov 2	Avsättningar	7,4	11,0
Prov 3	Vax	70,5	13,6
Prov 4	Pappersmassa	-	28,6
Prov 5	Pappersmassa	0	12,6
Prov 6	Pappersmassa	0	17,4
Prov 7	Pappersmassa	0	19,8
Prov 8	Vax	68,0	10,7
Prov 9	Vax	67,4	15,7
Prov 10	Vax	70,7	14,8
Prov 11	Vax	67,8	13,8
Blank 1	-	-	7,1
Blank 2	-	-	7,9



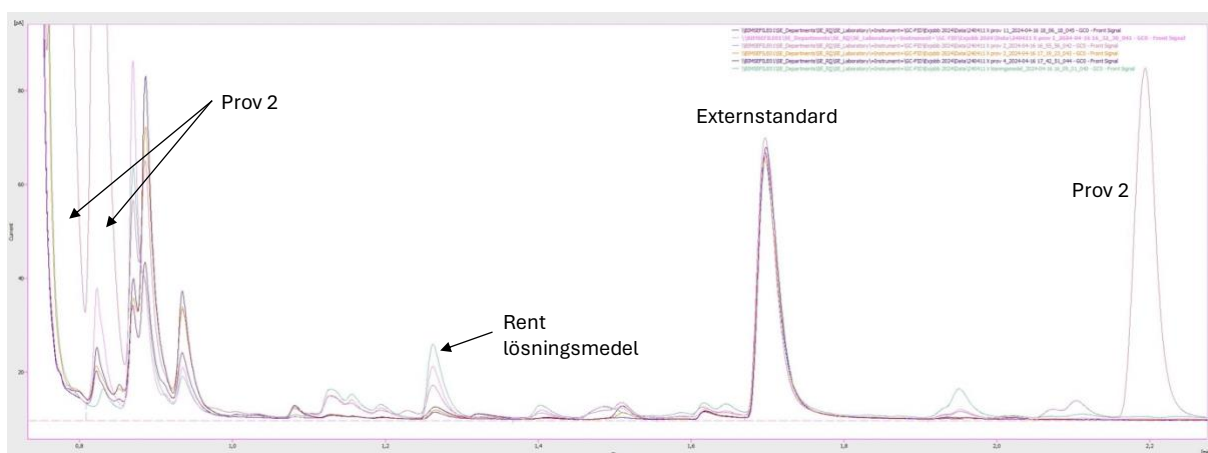
Figur 2. Samband mellan extraktionshalt och förlorat lösningsmedel för varje prov.

4.3 Kromatogram

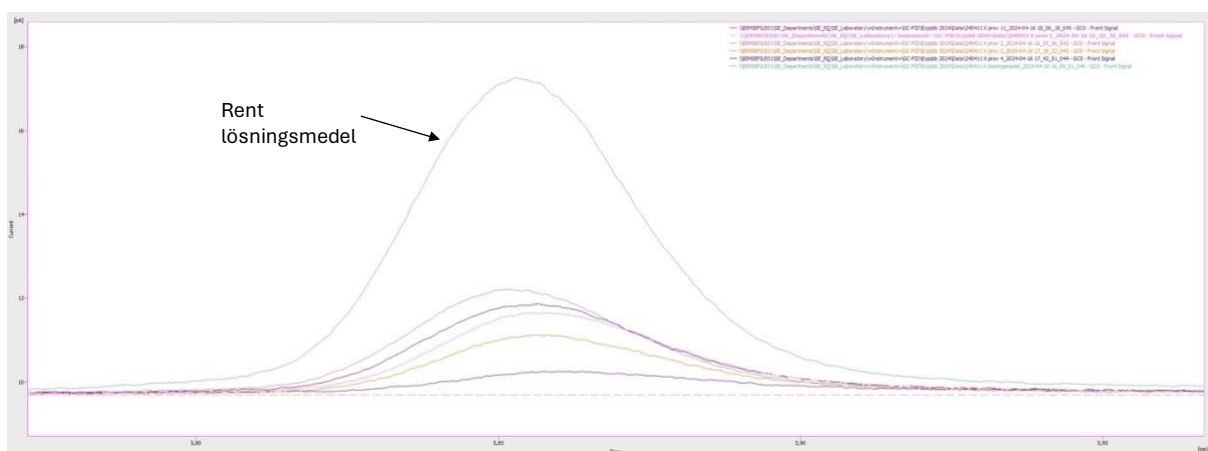
Kromatogrammen från GC-FID-analysen öppnades i programvaran Clarity där de koncentrerade proverna kan integreras och jämföras med varandra. De första topparna i kromatogrammen är från lösningsmedlen som använts, acetone och cyklohexan. Höjden på lösningsmedlens toppar är runt 850 000 pA, medan majoriteten av övriga toppar har en höjd på max 100 pA. Kromatogrammen som visas nedan är därför inzoomade. I högra hörnet i varje figur framgår det vilket prov som visas i vilken färg. Y-axeln på kromatogrammen är elektrisk ström [pA] och x-axeln visar retentionstid [min].

I figur 3 visas alla koncentrerade prover med externstandard. De flesta proverna visar samma toppar, men olika höjd på dem. Det prov som sticker ut mest är prov 2, som använde avsättningar som provmaterial vid extraktionen. Provet fick stora toppar vid 0,8 minuter och 2,2 minuter.

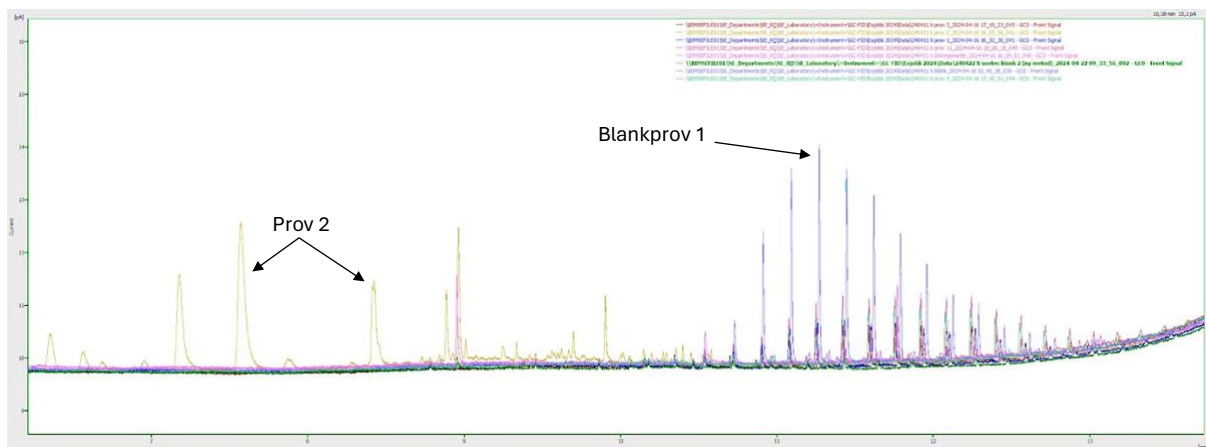
Det är anmärkningsvärt att det rena lösningsmedlet visar högre toppar än resterande prover, trots att dess koncentrationsfaktor är lägre. Vid 5,8 minuter (se figur 4) dyker det upp en topp där det rena lösningsmedlet har högst topp och prov 11 är lägst. Figur 5 visar paraffintoppar som dyker upp vid 7 minuter. Prov 2 utmärker sig med tydliga toppar mellan 7–10 minuter. Blankprov 1 har störst toppar jämfört med de andra proverna vid 10–13 minuter.



Figur 3. Alla koncentrerade prover med externstandard.



Figur 4. Alla koncentrerade prover med externstandard vid 5,85 minuter.



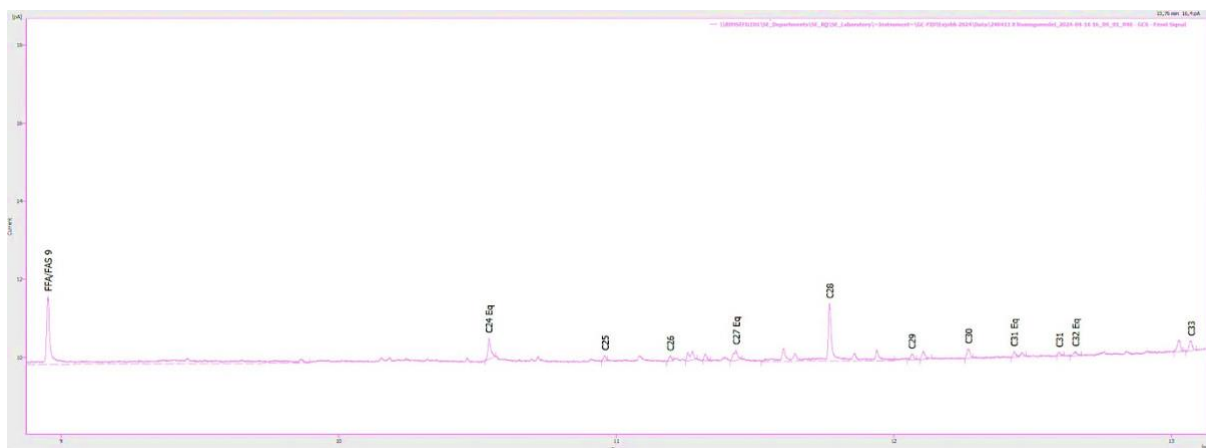
Figur 5. Alla koncentrerade prover, inklusive blankprover, med externstandard, mellan 6–14 minuter.

4.3.1 Rent lösningsmedel

Det rena, koncentrerade lösningsmedlet visar i figur 6 en tydlig topp vid 0,8 minuter. Toppen vid 1,7 minuter är externstandard. I figur 7 syns paraffintopparna.



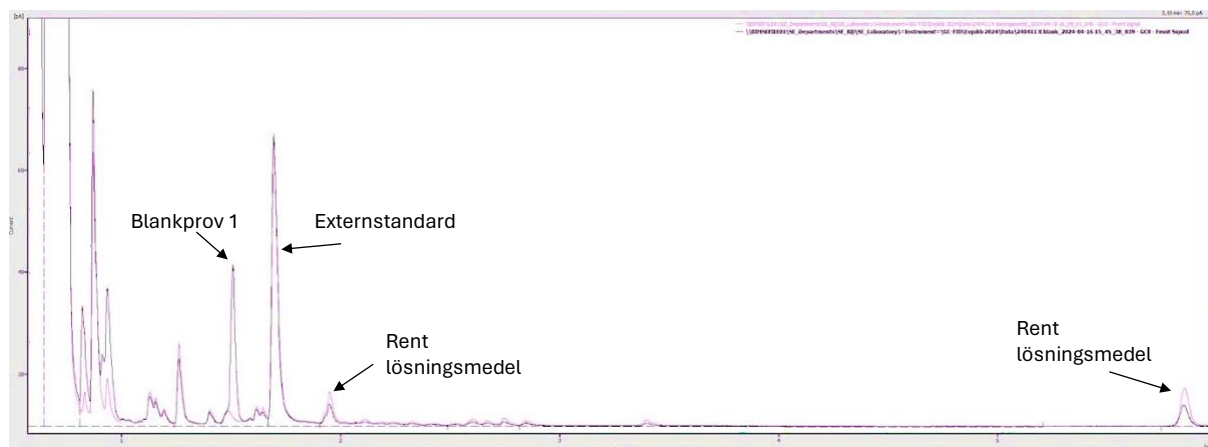
Figur 6. Koncentrerat rent lösningsmedel med externstandard, mellan 0–6 minuter.



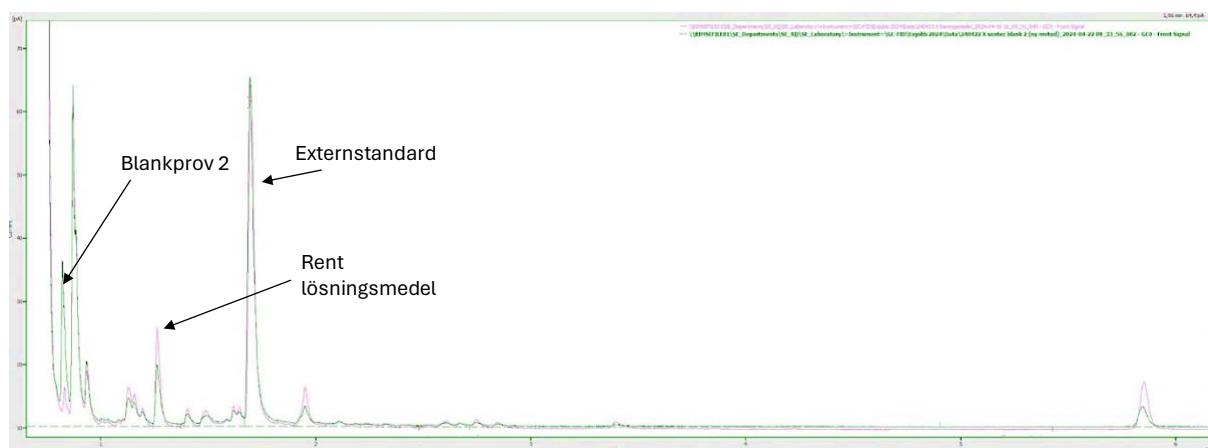
Figur 7. Koncentrerat rent lösningsmedel med externstandard, mellan 9-13 minuter.

4.3.2 Blankprov

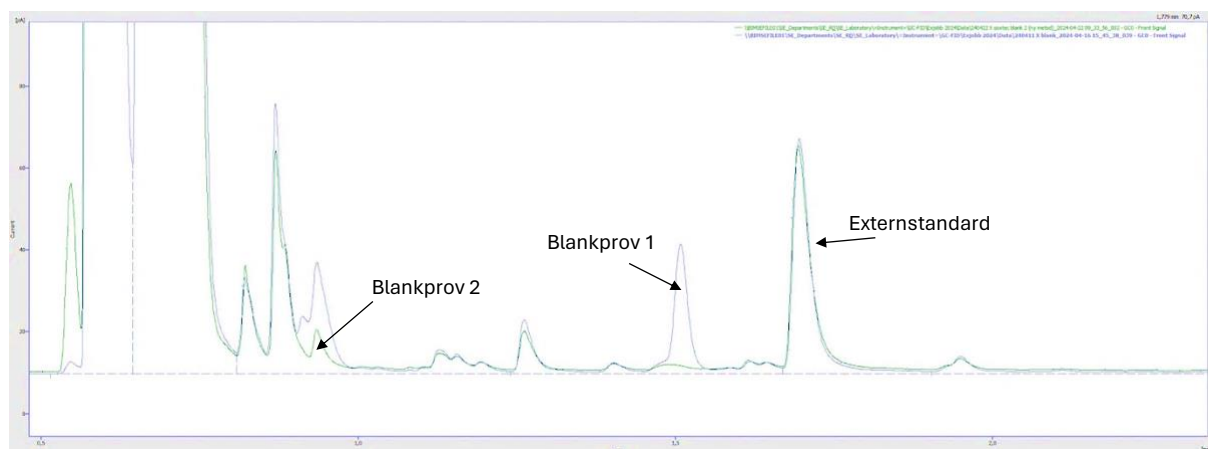
De två blankproverna (figur 8 och 9) som kördes i Soxtec utan provmaterial visar sig generellt vara renare än rent lösningsmedel, med undantag för en topp vid 1,6 minuter i blankprov 1. I figur 10 visas skillnaden mellan blankprov 1 och 2 där blankprov 2 genomgående har mindre toppar.



Figur 8. Blankprov 1 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.



Figur 9. Blankprov 2 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.



Figur 10. Blankprov 1 och blankprov 2, båda är koncentrerade med externstandard.

4.3.3 Vaxprov

De koncentrerade vaxproverna visas i figur 11, 12 och 13 tillsammans med det koncentrerade rena lösningsmedlet. Det framgår av kromatogrammen att alla vaxproverna är renare än lösningsmedlet, samt att prov 3 och 11 är renare än prov 1.

I figur 14 visas skillnaden i renhet mellan prov 8, 9, 10 och 11, de prov som återanvänt lösningsmedel. Prov 8 är mer kontaminerat än de prov som har använt återanvänt lösningsmedel. Det är relativt liten skillnad i föroreningsgrad mellan prov 9, 10 och 11.



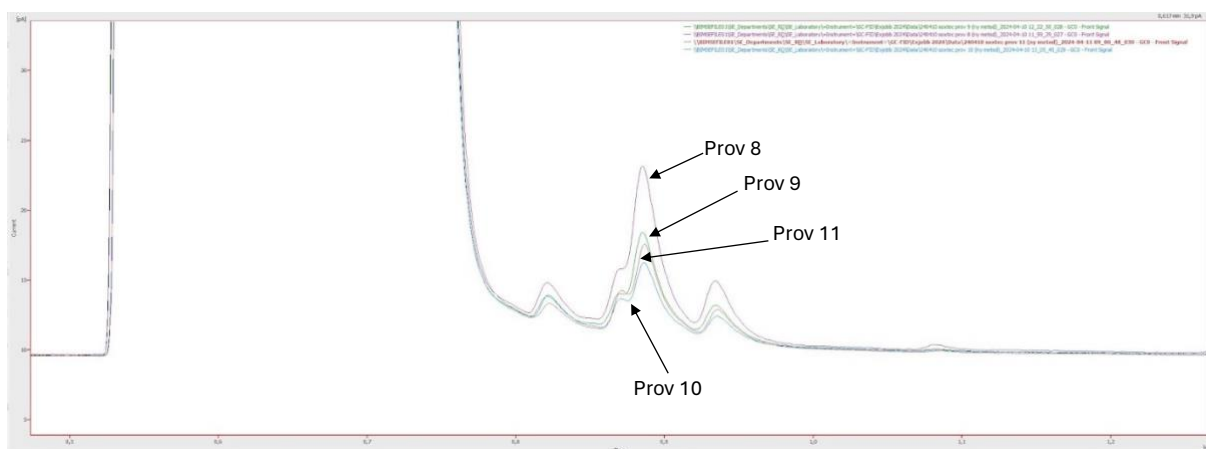
Figur 11. Prov 1 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.



Figur 12. Prov 3 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.



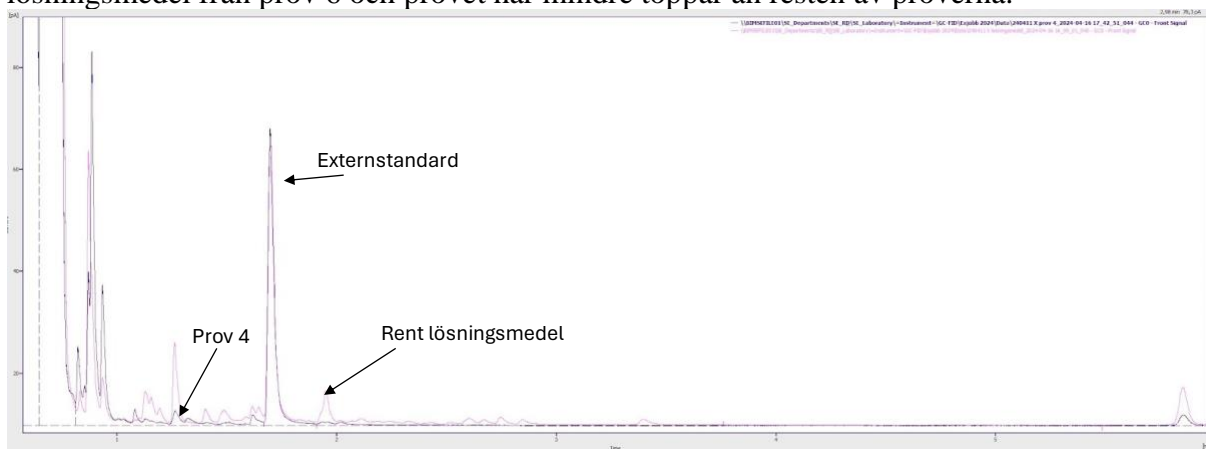
Figur 13. Prov 11 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.



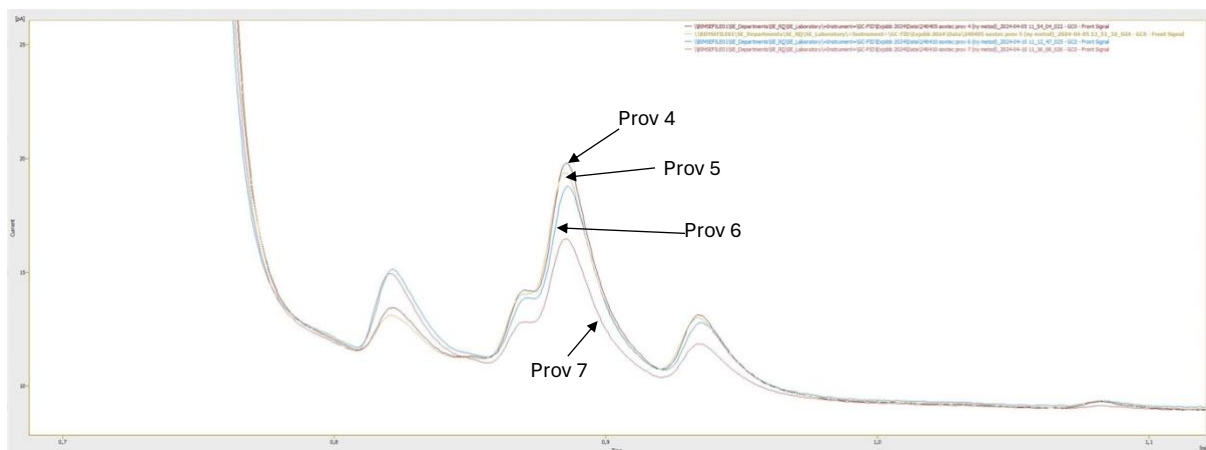
Figur 14. Prov 8–11, de proverna med återanvänt lösningsmedel och därför ej koncentrerade.

4.3.4 Pappersmassaprov

I figur 15 visas prov 4 tillsammans med rent lösningsmedel. Prov 4 har mindre toppar än lösningsmedlet, vilket indikerar att det har högre reningsgrad. I figur 16 visas de okoncentrerade pappersmassaproven, prov 4–7. Prov 4 har högst topp. Till prov 7 användes använt lösningsmedel från prov 6 och provet har mindre toppar än resten av proverna.



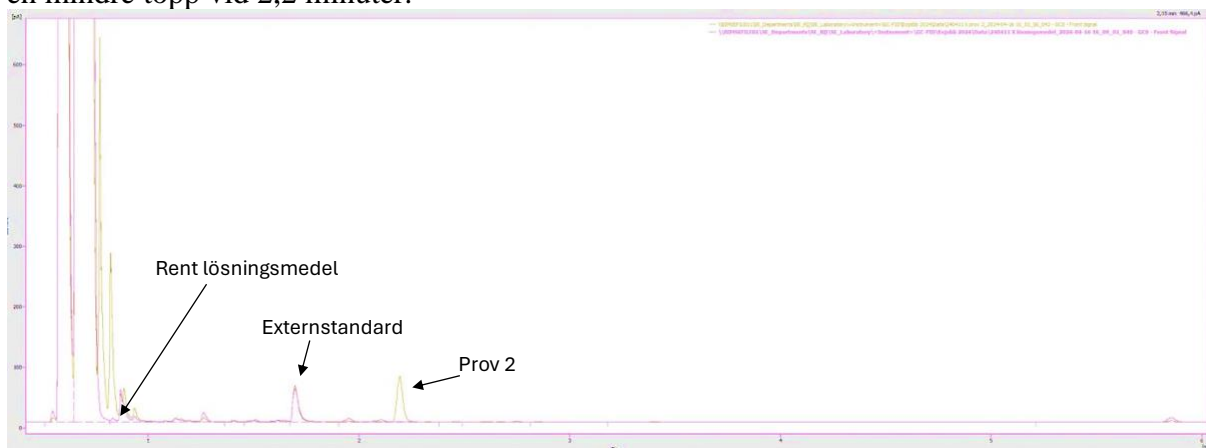
Figur 15. Prov 4 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.



Figur 16. Prov 4–7, okoncentrerade pappersmassaprov.

4.3.5 Avsättningsprov

Provet med avsättningar är det enda provet som tydligt är mindre rent än det rena lösningsmedlet, vilket kan observeras i figur 17. Det finns två stora toppar vid 0,8 minuter och en mindre topp vid 2,2 minuter.



Figur 17. Prov 2 och rent lösningsmedel, båda är koncentrerade med externstandard.

4.4 Föroreningsgrad

Föroreningsgrad i ppm visas i tabell 4. Proverna är rangordnade efter renhetsgrad, där prov 11 visat sig ha lägst halt förorening och prov 2 har högst halt förorening. Skillnaden mellan dessa prov är 47,8 ppm. Det rena lösningsmedlet har lägre renhet än blankproverna som körts i Soxtec.

Tabell 4. Föroreningsgrad på respektive prov.

Prov	Förorening [ppm]
Prov 11	5,9
Blank 2	10,5
Prov 1	12,3
Prov 4	13,1
Prov 3	14,0
Blank 1	17,4
Rent lösningsmedel	18,4
Prov 2	53,7

5. Diskussion

I detta avsnitt kommer studiens frågeställningar diskuteras. Det handlar om huruvida lösningsmedlet är kontaminerat och om återanvändning är lämpligt. Det kommer även diskuteras om hur mycket lösningsmedel som går förlorat under extraktionen. Till slut kommer förslag på förbättringsområden och framtida studier att ges.

5.1 Kontaminering och återanvändning

Alla prov som har högre renhetsgrad än det rena lösningsmedlet anses vara rena nog att återanvändas. Alla koncentrerade prov förutom prov 2 uppfyllde detta krav. I tabell 4 där föroreningsgraden på de koncentrerade proverna visas framgår det att alla prov har en anmärkningsvärt hög renhet och att skillnaden mellan proverna är liten. Skillnaden i renhet mellan prov 11 och prov 2 är 47,8 ppm. Detta syns även i figur 3 och 4 att detta stämmer då den rena lösningsmedelstoppen, trots lägre koncentrationsgrad, är högre än övriga prover. Prov 2 är det enda prov som har högre föroreningsgrad än det rena lösningsmedlet, vilket tyder på att avsättningar påverkar föroreningsgraden mer än vax och pappersmassa.

Prov 2, som testade avsättningar, är det mest kontaminerade provet med 53,7 ppm föroreningar. Om detta jämförs med det rena lösningsmedlet så är prov 2 nästan tre gånger så kontaminerat. Dock är 53,7 ppm föroreningar en låg halt och det utesluter inte att prov med avsättningar kan återanvändas några gånger. Det gjordes bara en extraktion med avsättningar, det berodde på att det inte fanns fler avsättningsprover att testa. Hade det gjorts fler tester med detta material hade resultatet blivit mer tillförlitligt.

Lösningsmedlet från prov 8 återanvändes i prov 9, 10 och sedan i 11, alltså användes samma lösningsmedel fyra gånger efter varandra. Lösningsmedlet kunde inte koncentreras innan alla fyra extraktioner var gjorda vilket innebär att föroreningsgraden endast kunde beräknas på prov 11. Däremot syns det tydligt i figur 15 att prov 8 har en mycket större topp än prov 9, 10 och 11. Detta betyder att prov 8 är mer kontaminerat än när dess lösningsmedel har återanvänts, vilket tyder på att kontamineringsämnen i lösningsmedlet extraheras tillsammans med de extraktiva ämnena och därmed renas lösningsmedlet.

Anledningen till att endast en återanvändning av lösningsmedel gjordes på pappersmassaprov var för att extraktionshalten var noll. Dock syns det i figur 16 att prov 7 som använde lösningsmedel från prov 6 hade lägre toppar än övriga pappersmassaprov. Trots att renheten inte kunde beräknas på dessa pappersmassaprover så stöds teorin om att lösningsmedlet blir renare vid återanvändning.

Blankprov 2 har högre renhet än blankprov 1, dock var skillnaden endast 6,9 ppm. Blankprov 1 var ett av de första proverna som togs och blankprov 2 var ett av de sista proverna som togs. Mellan dessa två extraktioner byttes flaskan med nytt lösningsmedel ut mot en ny eftersom den gamla tog slut. De två flaskorna med nytt lösningsmedel kan skilja sig i renhet eftersom de kan ha tillverkats vid olika tillfällen. Detta kan förklara varför blankproverna skiljde sig åt. En annan förklaring kan vara att proverna påverkades av tidigare extraktioner i Soxtec, men detta är mindre troligt eftersom återanvändning av lösningsmedel visade att det blev renare.

Baserat på resultaten av analyserna kan slutsatsen dras att vid extraktion av vax och pappersmassa kan lösningsmedlet återanvändas till nya extraktioner utan att renheten försämras. En fråga är hur många gånger det är rimligt att återanvända lösningsmedel innan det

bör bytas ut. Prov 11 som använde lösningsmedel som använts tre gånger visade sig ha hög renhet, men fler tester hade behövts göra för att avgöra hur renheten förändras och om proportionerna mellan cyklohexan:acetone (9:1) förändras efter väldigt många extraktioner.

5.2 Förlorat lösningsmedel

I tabell 3 visas hur mycket lösningsmedel som förlorades per extraktion. Det finns ingen tydlig korrelation mellan extraktionshalt och förlorat lösningsmedel. Ett exempel på detta är prov 8 hade högre extraktionshalt än prov 1 men förlorade mindre halt lösningsmedel. Det prov som sticker ut mest är prov 4 där förlorat lösningsmedel har en hög procent. Detta beror troligtvis på att prov 4 använde pappersmassa som revs i bitar och hade en större area som absorberar lösningsmedel jämfört med vaxet.

De två blankprover som gjordes i Soxtec genomfördes utan provmaterial och cellulosaohylsor. Dessa prover gav lägst mängd förlorat lösningsmedel men fortfarande förloras 7,1 och 7,9%. Oavsett om instrumentet används med eller utan provmaterial kommer en del av lösningsmedlet gå förlorat. Hur mycket lösningsmedel som förlorat verkar inte påverkas av mängden provmaterial, det testades med både ett och två gram vax och det finns ingen tydlig trend. Det har inte testats att använda mer än två gram vax eller pappersmassa och det kan därför inte sägas om detta skulle påverka mängden förlorat lösningsmedel. Eftersom endast ett prov gjordes på avsättning går det inte att undersöka om mängden provmaterial har en påverkan på hur mycket lösningsmedel som förloras.

När lösningsmedlet återanvändes från prov 8 till prov 9, 10 och sedan 11 blev det sistnämnda provet renare än det första. I snitt förlorades då 13,8% av lösningsmedlet per extraktion vilket betyder att en stor mängd av det använda lösningsmedlet kan återanvändas. Nytt lösningsmedel används för att täcka upp det som har förlorats. Av alla prov som testades i studien blev medelvärdet av det förlorade lösningsmedlet 15,5%. Om samma lösningsmedel återanvänds tre gånger kan det sparas 63,4% av allt lösningsmedel som annars hade använts till extraktion i Soxtec. Ur ett miljömässigt perspektiv är detta väldigt positivt eftersom det minskar tillverkning, transport och destruktion av lösningsmedel. Det är även positivt ur ett ekonomiskt perspektiv då BIM Kemi sparar 3444 kr om året på att återanvända samma lösningsmedel tre gånger.

5.3 Fortsatta studier och förbättringsområden

För framtida studier rekommenderas att göra fler undersökningar på hur renhetsgraden ändras vid upprepande återanvändning av lösningsmedel, gärna med avsättningar och pappersmassa som provmaterial. Det hade varit intressant att se hur många gånger ett lösningsmedel kan återanvändas och se hur renhetsgraden förändras.

Något annat som kan undersökas är att öka mängden provmaterial, nu testades endast 2 gram provmaterial, för att se om både mängden förlorat lösningsmedel minskas samt om renheten påverkas. Det vore även intressant att undersöka om extraktionen går att modifiera så att mindre lösningsmedel förloras.

6. Slutsats

Syftet med denna studie var att undersöka om ett lösningsmedel kan återanvändas efter extraktion. Undersökningen visade att renheten inte försämrades vid extraktion av vax och pappersmassa. Alla koncentrerade prover utom prov 2 klarade kravet för återanvändning, vilket var en renhet på samma eller högre nivå än det rena lösningsmedlet. Det upptäcktes en viss kontaminering men dessa nivåer är så pass låga att det kan anses försumbara.

Vid varje extraktion förloras lösningsmedel men det finns ingen tydlig trend mellan extraktionshalt, provmaterial och förlorat lösningsmedel. I snitt förlorades 15,5 % lösningsmedel per extraktion.

Vid återanvändning av lösningsmedel blev lösningsmedlet något renare. Detta innebär att det kan sparas en stor mängd lösningsmedel utan att kvalitén på lösningsmedlet försämras. Det är fördelaktigt ur ett ekonomiskt och miljömässigt perspektiv. Vid återanvändning av samma lösningsmedel tre gånger sparas 63,4% av det inköpta lösningsmedlet, vilket innebär att BIM Kemi kan spara 3444 kr per år.

7. Referenser

- [1] "About us," BIM Kemi, [Online]. Available: www.bimkemi.com/about-us/. [Använd maj 2024].
- [2] "Customer service lab," BIM Kemi, [Online]. Available: <https://www.bimkemi.com/research-development/#customerservicelab>. [Använd maj 2024].
- [3] C. Åkesson, Interviewee, *Användning av Soxtec-instrument*. [Intervju]. maj 2024.
- [4] "Transporternas klimatpåverkan," Trafikverket, 13 03 2024. [Online]. Available: <https://bransch.trafikverket.se/for-dig-i-branschen/miljo---for-dig-i-branschen/minskad-klimatpaverkan/transporternas-klimatpaverkan/>. [Använd maj 2024].
- [5] G. Amanatidis, "Kampen mot klimatförändringarna," Europaparlamentet, 09 2023. [Online]. Available: <https://www.europarl.europa.eu/factsheets/sv/sheet/72/kampen-mot-klimatforandringarna>. [Använd maj 2024].
- [6] J. Bashyal, "Solvent: Definition, Types, Incredible Uses, Examples," Science info, 14 02 2023. [Online]. Available: <https://scienceinfo.com/solvent-definition-types-uses-examples/>. [Använd april 2024].
- [7] "Acetone," PubChem, 25 05 2024. [Online]. Available: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Acetone>. [Använd april 2024].
- [8] M. Ash och I. Ash, *Handbook of Solvents (3rd Edition)*, Synapse Information Resources, Inc., 2018.
- [9] W. L. Howard, "Acetone," *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 2011.
- [10] Y. Andersson-Sköld, K. Pleijel, P. Grennfelt och L. Rohndahl, "Miljöeffekter av lösningsmedel - underlag till åtgärdsstrategi," Institutet för vatten- och luftvårdsinstitutet, Göteborg, 1991.
- [11] "Acetone," Australian Government - Department of Climate Change, Energy, the Environment and Water, 22 06 2022. [Online]. Available: <https://www.dcceew.gov.au/environment/protection/npi/substances/fact-sheets/acetone>. [Använd maj 2024].
- [12] "Cyclohexane," PubChem, 25 05 2024. [Online]. Available: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/8078>. [Använd april 2024].
- [13] "Cyclohexane," Australian Government, 30 06 2022. [Online]. Available: <https://www.dcceew.gov.au/environment/protection/npi/substances/fact-sheets/cyclohexane>. [Använd april 2024].
- [14] O. Sävinger, Interviewee, *Inköpspris aceton och cyklohexan*. [Intervju]. 21 maj 2024.
- [15] "Vaxer," Nationalencyklopedin, [Online]. Available: <https://www.ne.se/uppslagsverk/encyklopedi/l%C3%A5ng/vaxer>. [Använd maj 2024].
- [16] "Pappersmassa," Nationalencyklopedin, [Online]. Available: <https://www.ne.se/uppslagsverk/encyklopedi/enkel/pappersmassa>. [Använd maj 2024].
- [17] S. Karlsson, "Avsättningar i pappersmaskiner," Kungliga Tekniska Högskolan, Stockholm, 2014.
- [18] C. F. Poole, "1.1 Introduction," i *Liquid-Phase extraction*, Elsevier, 2020, pp. 1-2.
- [19] S. B. B. S. E. B. Sune Sporning, "Comprehensive comparison of classic Soxhlet extraction with Soxtec extraction, ultrasonication extraction, supercritical fluid

- extraction, microwave assisted extraction and accelerated solvent extraction for the determination of polychlorinated biphenyls,” i *Journal of Chromatography A*, Elsevier, 2005, pp. 1-9.
- [20] L. G.-A. M.D Luque de Castro, ”Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future,” i *Analytica Chimica Acta*, Elsevier, 1998, pp. 1-10.
- [21] D. Harvey, *Modern Analytical Chemistry*, McGraw-Hill Companies, 2008.
- [22] J. Scheirs, ”Reflux Extraction,” i *Compositional and Failure Analysis of Polymers - A Practical Approach*, John Wiley & Sons, 2000, p. 243.
- [23] F. A. AB, *Soxtec 2050, User Manual*, Höganäs: <https://archive.org/details/manualzilla-id-6765643/mode/1up>, 2005.
- [24] H. M. McNair, J. M. Miller och N. H. Snow, ”Introduction,” i *Basic Gas Chromatography (3rd Edition)*, John Wiley & Sons, 2019, pp. 1-14.
- [25] offnfopt, ”Gas chromatography apparatus,” CC0, 2015. [Online]. Available: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Gas_chromatograph-vector.svg.
- [26] K. L. Yam, ”Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (FID),” i *Wiley Encyclopedia of Packaging Technology (3rd Edition)*, John Wiley & Sons, 2009, p. 840.
- [27] H. M. McNair, J. M. Miller och N. H. Snow, ”Flame Ionization Detector (FID),” i *Basic Gas Chromatography (3rd Edition)*, John Wiley & Sons, 2019, pp. 124-127.
- [28] O. Z. M. O. L. J. B. P. N. Nestor Etxebarria, ”Retention-time locked methods in gas chromatography,” i *Journal of Chromatography A*, Detroit, USA, Elsevier, 2009, pp. 1624-1629.
- [29] J. V. Koleske, ”Chromatography, Qualitative Analysis,” i *Paint and Coating Testing Manual - Fifteenth Edition of the Gardner-Sward Handbook: (MNL 17-2nd)*, ASTM International, 2012, pp. 867-869.

8. Bilagor

Bilaga 1. Provmaterialsvikt för prov 2. [4]

Extraktionshylsa	Provmaterialsvikt [g]
1	7,869
2	6,0112
3	5,1460
4	6,3664
5	1,9445
6	6,3759

Bilaga 2. Sekvens 1 i GC-FID.

Rate [°C/min]	Value [°C]	Hold time [min]	Run time [min]
	100	5	5
25	360	2	17,4

Bilaga 3. Sekvens 2 i GC-FID.

Rate [°C/min]	Value [°C]	Hold time [min]	Run time [min]
	80	5	5
10	100	0,8	7,8
50	360	2	15

INSTITUTIONEN FÖR KEMI OCH KEMITEKNIK
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sverige 2024
www.chalmers.se



CHALMERS