

KWIK

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure AAC/2/IV/C.20 van mei 1994.

Het gehalte aan kwik (Hg) in het analysemateriaal wordt in de volgens CMA/2/IV/C.6. punt 4.4, bereide analyseoplossing bepaald door middel van fluorescentie spectrometrie of vlamloze atoomabsorptiespectrometrie, volgens de koude-damp methode, waarbij telkens een geschikt reductans gebruikt wordt om Hg te vervluchtigen. De onderste bepalingsgrens in het analysemateriaal ligt rond 0,01 mg/kg droge stof.

De analysemethode voor de bepaling van Hg door fluorescentie spectrometrie is beschreven in de compendiummethode CMA/2/I/B.3 en door vlamloze atoomabsorptiespectrometrie in de onderstaande methode.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1. Atoomabsorptiespectrometer bestemd voor bepaling van Hg door middel van de koude-damp methode.

3 REAGENTIA

3.1. Geconcentreerd salpeterzuur, 65 % d. 1,40

3.2. Geconcentreerd zoutzuur, 36 % d. 1,19

3.3. Zoutzuur ongeveer 6 M: 1 l geconcentreerd zoutzuur (3.2) mengen met 1 l water, laten afkoelen

3.4. Salpeterzuur-zoutzuur mengsel ongeveer 1M: 167 ml zoutzuur ongeveer 6 M (3.3.) en 69 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.1.) mengen en aanlengen tot 1 l. Mengen.

3.5. Reductans: 5 g natriumhydroxyde (NaOH) en 3 g natriumboorhydride (NaBH₄) oplossen in 1 l en filtreren. Gedurende enkele dagen bewaarbaar bij 5°C.

3.6. Stockoplossing Hg (1000 mg/l): 1,354 g zuiver kwikchloride (HgCl₂, zeer giftig) oplossen in 600 ml water, 30 ml zoutzuur ongeveer 6 M (3.3.) toevoegen, aanlengen tot 1 l. en mengen.

3.7. Tussenoplossing Hg (2 mg/l): 1 ml stockoplossing (3.6.) pipetteren in een maatkolf van 500 ml. Aanlengen en mengen. Dagelijks vers bereiden.

4 ANALYSEPROCEDURE

4.1 Bereiding van de analyse- en de blanco-oplossing

Indien het gehalte aan Hg in de analyseoplossing (cfr. CMA/2/IV/C.6. punt 4.4) te hoog is, dient deze, alsook de blanco-oplossing (cfr. CMA/2/IV/C.6. punt 4.4), verdund te worden (verdunningsfactor = D) tot 0,005 tot 0,05 mg/l, met het salpeterzuur-zoutzuur mengsel (3.4.).

4.2 Bereiding van de standaardreeks

In een serie maatkolven van 200 ml wordt resp. 0-1-2-3-4-5 ml van de tussenoplossing Hg (3.7) gepipetteerd en met het salpeterzuur-zoutzuur mengsel (3.4.) aangelengd. Mengen. De concentratie bedraagt resp. 0-0,01-0,02-0,03-0,04-0,05 mg/l. Dagelijks vers bereiden.

4.3 Atoomabsorptie-metingen

Achtereenvolgens worden de standaardoplossingen en de eventueel verdunde analyse- en blanco-oplossingen, volgens de richtlijnen van de constructeur van het apparaat (2.1.), in gepaste verhouding gemengd met zoutzuur ong. 6 M (3.3.) en reductans (3.5.) Met behulp van een stroom inert gas (stikstof of argon) wordt het vluchtige Hg naar de absorptiecel geleid. De absorptie bij 253,7 nm (spleetbreedte 0,5 nm) wordt geregistreerd. Tussen verschillende metingen wordt met water gespoeld.

5 BEREKENING

Bepaal de concentratie aan kwik (mg/l) in de eventueel verdunde analyse- en blanco-oplossing aan de hand van een standaardcurve, waarbij de geregistreeerde absorptie wordt uitgezet in functie van de concentratie (mg/l). Het gehalte aan Hg in het analysemateriaal wordt uitgedrukt op de droge stof in mg/kg droge stof, en berekend met behulp van volgende formule:

$$\text{Gehalte aan Hg (mg/kg droge stof)} = \frac{(C_x - C_b) \cdot D \cdot 5000}{(100 - p)}$$

C_x = de concentratie (mg/l) in de eventueel verdunde analyse-oplossing

C_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor (4.1.)

p = het percentage resterend vocht in het residu van de voordroging (zie CMA/2/IV/C.1)