

CONSERVERING EN RECIPIËNTEN

1 INLEIDING

Deze procedure vervangt de procedures CMA/1/B van maart 2001.

Monsters kunnen tengevolge van fysische, chemische of biologische reacties wijzigingen ondergaan, tussen het ogenblik waarop ze worden genomen en de analyse. Om dit te voorkomen moeten de nodige voorzorgsmaatregelen getroffen worden zodanig dat het monster representatief blijft en verkeerde interpretaties worden uitgesloten. De conservering en de gebruikte recipiënten zijn hiervoor van essentieel belang.

De reacties die zich kunnen voordoen zijn:

- algengroei
- oxidatie
- neerslagreacties
- CO₂-absorptie
- adsorptie op de recipiënten
- polymerisatie.

De voorzorgen die moeten getroffen worden zijn afhankelijk van de te bepalen component waarbij een onderscheid moet gemaakt worden tussen water- en grondmonsters.

2 VOORZORGSMATREGELEN OP HET VELD EN DE TE GEBRUIKEN RECIPIËNTEN

In de volgende tabellen 1 en 2, wordt een overzicht gegeven van de voorzorgsmaatregelen die, afhankelijk van de aard van de monsters (grondwater, grond) en de te bepalen component, reeds op het veld moeten getroffen worden.

Bij de analyse van monsters, waar gezocht wordt naar componenten op ppb niveau of lager, is het van essentieel belang dat de gebruikte recipiënten zuiver zijn. Dit houdt in dat zowel de recipiënten voor de monsternamen als het in het labo gebruikte glaswerk grondig gereinigd worden. Bij het reinigen van het glaswerk moeten een aantal grondregels gevolgd worden:

- direct na het gebruik spoelen met methanol om de resten te verwijderen (voor organische parameters); Dit detergent mag niet op basis van een vetzuur zijn;
- naspoelen met warm water om detergentresten te verwijderen;
- een oxidans gebruiken voor de verwijdering van sporen organische componenten. (Hiervoor wordt meestal chroomvocht gebruikt. Wanneer dit glaswerk voor metaalanalyse gebruikt wordt kan hiervan geen gebruik gemaakt worden. Dit wordt vervangen door salpeterzuur 6 M.);
- naspoelen met warm water en 2 x met gedestilleerd water;
- voor organische analyse is het noodzakelijk om te spoelen met een organisch solvent bijvoorbeeld aceton of methanol;
- daarna in een droogstoof plaatsen bij 105°C.

In tabel 3 worden voor de respectievelijk te bepalen parameters in percolaat- en peilputwater, het aanbevolen materiaal van de recipiënten weergegeven samen met het minimaal volume nodig voor het uitvoeren van 2 analyses.

Bij de keuze van het recipiënt dient men ook rekening te houden met de concentraties die verwacht worden en door de aard van het monster.

Tabel 1: Conserveringsomstandigheden: zware metalen en andere anorganische componenten

Stof of groep van stoffen	Grondwaterstalen		Grondstalen	
	Conservering	Aanbevolen houdbaarheid	Conservering ³	Aanbevolen houdbaarheid
I. Zware metalen	filtreren 0,45 µm, pH < 2 met HNO ₃	1 maand	geen	onbeperkt
Cr, Co, Ni, Cu, Zn, As	filtreren 0,45 µm, pH < 2 met HNO ₃	1 maand	geen	onbeperkt
Cd, Sn, Ba, Pb	filtreren 0,45 µm, pH < 2 met HNO ₃	1 maand	geen	onbeperkt
Hg	filtreren 0,45 µm, pH < 2 met HNO ₃ + 0,5 g K ₂ Cr ₂ O ₇ /l	1 maand	geen	15 dagen
Cr(VI)	filtreren 0,45 µm, koelen	24 uur		
II. Anorganische stoffen				
Anorganische ammonium	filtreren 0,45 µm, pH < 2 met H ₂ SO ₄ , koelen of invriezen	21 dagen, 1 maand indien ingevroren	niet van toepassing	
Fluoride	filtreren 0,45 µm	1 maand	geen	7 dagen
Cyanide (totaal en potentieel vrij beschikbaar)	filtreren 0,45 µm, pH = 12 met 2 N NaOH, koelen	7 dagen	koelen	24 uur
Bromide	filtreren 0,45 µm, koelen	28 dagen ²	geen	7 dagen ¹
Fosfaat opgelost	filtreren 0,45 µm, koelen of invriezen	1 maand	koelen	7 dagen
Fosfaat totaal	filtreren 0,45 µm, pH < 2 met H ₂ SO ₄ , koelen of invriezen	1 maand	koelen	7 dagen
Nitraat	filtreren 0,45 µm, koelen of invriezen of aanzuren met HCl pH 1-2	24 uur, 1 maand indien ingevroren, 7 dagen indien aangezuurd	niet van toepassing	
Nitriet	filtreren 0,45 µm, koelen	24 uur	niet van toepassing	

- (1) EN ISO 5667-3 (1996), Waterkwaliteit - Monsterneming - Deel 3: leidraad voor de bewaring en de behandeling van monsters
 (2) 24 uur voor monsters waarin de aanwezigheid van organisch broom wordt verwacht
 (3) koelen = bewaren op een temperatuur van +/- 4°C

Tabel 2: Conserveringsomstandigheden: organische componenten

Stof of groep van stoffen	Grondwaterstalen		Grondstalen	
	Conservering	Aanbevolen maximale houdbaarheid	Conservering ⁵	Aanbevolen maximale houdbaarheid
III. Vluchtige aromaten	100% vullen, 1 gram/liter Na ₂ S ₂ O ₃ of ascorbinezuur toevoegen, koel en donker bewaren ¹	14 dagen ¹	koel en donker bewaren ³	4 dagen ³ , 1 maand ⁴ na toevoegen van methanol
IV. Fenolen	100% vullen, pH < 4 met HCl, 1 gram/liter CuSO ₄ .5H ₂ O toevoegen, koel en donker bewaren ¹	7 dagen ¹ , 40 dagen indien geëxtraheerd	koel en donker bewaren ³	7 dagen ³
V. Polycyclische aromaten	100% vullen, koel en donker bewaren ¹	7 dagen ¹ , 1 maand indien geëxtraheerd ¹	koel en donker bewaren ³	7 dagen ³ , 1 maand na chemisch drogen ⁴
VI. Vluchtige chloorkoolwaterstoffen	100% vullen, 1 gram/liter Na ₂ S ₂ O ₃ of ascorbinezuur toevoegen, koel en donker bewaren ¹	14 dagen ¹	koel en donker bewaren ³	4 dagen ³ , 1 maand ⁴ na toevoegen van methanol
VII. EOX	100% vullen, koel bewaren ¹	14 dagen ¹	koel en donker bewaren ³	7 dagen ⁴ , 1 maand na chemisch drogen ⁴
VIII. PCB's en organo-Cl-bestrijdingsmiddelen	100% vullen, koel en donker bewaren ¹	enkele maanden ¹	koel en donker bewaren ³	1 maand ⁴
IX. Organo-P en N bestrijdingsmiddelen	100% vullen, koel en donker bewaren ¹	Fosforpesticiden: 24 uur (bij voorkeur onmiddellijk extraheren), 28 dagen indien geëxtraheerd ¹ . Stikstofpesticiden: 14 dagen ¹ , 28 dagen indien geëxtraheerd ¹	koel en donker bewaren ³	7 dagen ³
X. Ketonen en aldehyden	100% vullen, koel bewaren ²	48 uur ²	niet van toepassing	
XI. Minerale olie	100% vullen, pH < 2 met zoutzuur, koel bewaren ¹	7 dagen ⁴ , 1 maand indien geëxtraheerd ⁴	koel en donker bewaren ³	4 dagen ⁴ , 1 maand na chemisch drogen ⁴

- (1) Conform afspraken met drinkwaterlaboratoria
- (2) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (20 ed)
- (3) Zie: "Bouwstoffenbesluit, onderdeel grond; samenstelling", document nummer AP04
- (4) Conform afspraken binnen werkgroep "Bodem en Afvalstoffenanalyse"
- (5) Koelen = bewaren op een temperatuur van +/- 4°C

Tabel 3: Overzicht van recipiënten voor conservering van monsters

Bepaling van	Aanbevolen volume(*)	Materiaal van de recipiënt
Aciditeit / Alkaliniteit	250 ml	PE, PP, PC of G
Amines	1000 ml	Bruin glas
Arseen	100 ml	PE, PP, PC of G
Asrest	250 ml	PE, PP, PC of G
Benzidinen	1000 ml	Bruin glas
Biochemisch zuurstofverbruik BOD (BZV)	2500 ml	PE, PP, PC of G
Bromiden	50 ml	PE, PP, PC of G
Cadmium	100 ml	PE, PP, PC of G
Calcium	100 ml	PE, PP, PC of G
Chemisch zuurstofverbruik COD	100 ml	PE, PP, PC of G
Chloriden	50 ml	PE, PP, PC of G
Totaal chroom	100 ml	PE, PP PC of G
Chroom (VI)	50 ml	PE, PTFE
Cobalt	100 ml	PE, PP PC of G
Cyaniden	250 ml	PE, PP of PC
Detergenten	250 ml	PE, PP PC of G
Droogrest	250 ml	PE, PP, PC of G
Fluoriden	1000 ml	PE, PP of PC
Fosfaten	50 ml	PE, PP, PC of G
Geleidbaarheid	50 ml	PE, PP, PC of G
Halogeenverbindingen (AOX)	100 ml	Donkergekleurd glas
Halogeenverbindingen (EOX)	1000 ml	Donkergekleurd glas
Ijzer	100 ml	PE, PP, PC of G
Kalium	100 ml	PE, PP, PC of G
Koolwaterstoffen in bodem en vaste afvalstoffen (totale of apolaire, extraheerbaar met TCE)	1000 ml	Donkergekleurd glas
Koolwaterstoffen (gechloreerde)	1000 ml	Donkergekleurd glas
Koolwaterstoffen (monocyclische aromatische) BTEX (vluchtige alkanen)	100 ml	Donkergekleurd glas
Koolwaterstoffen (polycyclische aromatische) (PAK)	1000 ml	Donkergekleurd glas

Bepaling van	Aanbevolen volume(*)	Materiaal van de recipiënt
Koper	100 ml	PE, PP of PC
Kwik	250 ml	G
Lood	100 ml	PE, PP of PC
Magnesium	100 ml	PE, PP, PC of G
Mangaan	100 ml	PE, PP, PC of G
Natrium	100 ml	PE
Nikkel	100 ml	PE, PP, PC of G
Oplosmiddelen	1000 ml	Bruin glas
Niet purgeerbare organische koolstof (NPOC)	50 ml	G
Oxideerbaarheid bij warmte (met KMnO_4)	250 ml	G
PCB's	1000 ml	Bruin glas
Pesticiden a. organochloor b. organofosfor	1000 ml 1000 ml	Bruin glas Bruin glas
PH	50 ml	PE, PP, PC of G
Selenium	100 ml	PE, PP of PC
Stikstof a. Ammoniakale b. Kjeldahl stikstof c. tot. oxid. N d. Tot N e. Nitriet f. Nitraat	150 ml 150 ml 50 ml 50 ml 50 ml 50 ml	PE, PP, PC of G PE, PP, PC of G PE, PP, PC of G PE, PP, PC of G PE, PP, PC of G PE, PP, PC of G
Sulfaten	50 ml	PE, PP, PC of G
Silicaten	100 ml	PE, PP, PC, G
Zink	250 ml	PE, PP, PC of G
Zuurstof Winklermethode	500 ml	G

(*) = in een aantal gevallen zijn meerdere analysemethoden ter beschikking zodat in deze tabel het grootste volume dat noodzakelijk is opgegeven wordt.

PE = polyethyleen
PP = polypropyleen
PC = polycarbonaat
G = glas

PTFE = polytetrafluorethyleen (teflon)