

SEMI - OPEN MICROGOLFOVEN DESTRUCTIE MET ZOUTZUUR EN SALPETERZUUR

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/I/A.6.2 van juli 2000.

Voor de bepaling van het "totale metaalgehalte" en "totale fosforgehalte" in afval-, grond- en oppervlaktewater wordt een destructie- of ontsluitingsmethode toegepast. Zowel de metalen die organisch als anorganisch gebonden zijn worden hierbij vrijgezet. De aanwezige metalen worden omgezet in de oplosbare zouten zodat ze aansluitend kunnen gemeten worden met het inductief gekoppeld plasma atoom emissie spectrometrie (ICP-AES), vlam atomaire absorptie spectrometrie (AAS-vlam) atomaire fluorescentie spectrometrie of andere alternatieve meetmethoden.

Bij elke serie monsterontsluitingen dient een procedure blanco te worden meegenomen. Hiertoe worden de gebruikte reagentia en ultra puur water samengebracht en ontsloten. Deze blancobepaling laat een correctie toe voor de metaal-ion bijdrage van het gebruikte zuurmengsel, de gebruikte recipiënten enz.

2 BELANGRIJKE OPMERKINGEN

Tijdens de monsterbehandeling en -ontsluiting dienen speciale voorzorgen genomen te worden om mogelijk contaminatie te voorkomen:

- vermijd contact met rubber, verf, sigarettenrook, tissue en alle metalen materialen;
- opgelet met gebruik van recipiënten uit de afwasmachine indien fosforzuur wordt gebruikt tijdens het wasprogramma. Een grondige reiniging met salpeterzuur en ultra puur water voor gebruik van de recipiënten is daarom noodzakelijk vooral wanneer men fosfor wenst te meten;
- bij de monsterontsluiting worden enkel zuren en reagentia gebruikt met een hoge zuiverheidsgraad (minimum pro analyse). Deze zuren en reagentia worden zelf bereid door "sub-boiling" destillatie of zijn in de handel verkrijgbaar;
- het vermogen dat wordt ingesteld bij de microgolfoven komt meestal niet overeen met het reële vermogen. Dit laatste is doorgaans lager. Om hiervoor te corrigeren kan het vermogen van een microgolfeenheid worden gekalibreerd volgens EPA-3051 (1992). Men bekomt dan een omrekeningsfactor waarmee het gevraagde vermogen moet worden vermenigvuldigd om het in te stellen vermogen te bekomen;
- de vermelde vermogens in deze procedure zijn reële vermogens (vóór omrekening naar in te stellen vermogen).

3 REINIGING VAN HET MATERIAAL

De ontsluitingsrecipiënten en hun koelers worden gereinigd door ze te onderwerpen aan een reinigingsprogramma. Tijdens dit programma wordt er 20 ml geconcentreerd salpeterzuur pro analyse door het toestel in de ontsluitingsrecipiënten gebracht en worden ze gedurende 10 min bij 40% (100W) van het vermogen van de microgolf verwarmd.

Na afkoelen worden zij zorgvuldig nagespoeld met ultra puur water en worden ze omgekeerd te drogen gezet. Indien de recipiënten zeer sterk verontreinigd zijn worden ze eerst in de afwasmachine gekuist alvorens het bovenstaand reinigingsprogramma toe te passen.

De maatkolven worden voor ieder gebruik uitgespoeld met salpeterzuur ultra pur en vervolgens met ultra puur water.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 microgolfoven -opstelling en toebehoren. Maximaal vermogen bedraagt 250 Watt.
- 4.2 ontsluitingsrecipiënten in borosilicaatglas met refluxkoelers
- 4.3 analytische balans (eventueel voor inwegen monster)
- 4.4 automatische pipet voor het toevoegen van monster en interne standaarden
- 4.5 maatcilinder 50 ml voor toevoegen van monster
- 4.6 glazen kolfjes van 25, 50 of 100 ml
- 4.7 plastic flesjes van 50 ml of 100 ml met schroefdop
- 4.8 glazen trechter

5 REAGENTIA

- 5.1 salpeterzuur, HNO₃ G.R. 65 % d = 1,40
- 5.2 salpeterzuur, HNO₃ extra pure 65 % d = 1,40 (reiniging materiaal)
- 5.3 zoutzuur(rokend) HCl G.R.. 37% d = 1,19
- 5.4 waterstofperoxide H₂O₂ p.a. 30% d = 1,11
- 5.5 ultra puur water: (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m⁻¹, equivalent met een weerstand groter dan 0,01 MΩ m bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een water zuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan 0,18 MΩ m (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als 18 MΩ cm).

Interne standaarden:

- 5.6 Indium standaard (1000 mg/l)
- 5.7 Rhodium standaard (1000 mg/l)

6 MONSTERONTSLUITING

Breng 50 ml monster (met maatcilinder voor zeer troebele monsters; met automatische pipet voor heldere monsters) in het glazen ontsluitingsrecipiënt. Voeg eventueel interne standaard toe. Plaats de refluxkoeler op de recipiënten.

Daarnaast wordt bij iedere reeks ontsluitingen een procedureblanco meegenomen die dezelfde weg volgt als een monster maar er geen bevat.

Plaats de recipiënten in het semi-open microgolfoven ontsluitingssysteem en sluit alles aan volgens voorschrift van de fabrikant. Voorzie voldoende afzuiging.

Laad het ontsluitingsprogramma in het geheugen van de ontsluitingsmodule en start dit programma voor iedere positie in de ontsluitingsmodule.

In onderstaande tabel is de opbouw van het programma weergegeven:

Stap	1	2	3
Reagens	HNO ₃	HCl	H ₂ O ₂
Toevoegsnelheid	3	3	3
Volume	4 ml	12 ml	5 ml
Tijd	0 min	10 min	10 min
Vermogen	0 %	15%(37.5 W)	30%(75 W)

Nadat het programma beëindigd is laat men de recipiënten voldoende afkoelen al dan niet in de met water gevulde gootsteen. Daarna worden de monsters overgebracht in een maatkolfje van 100 ml gebruikmakend van een glazen trechter. Deze handeling dient kwantitatief te gebeuren zodat we geen verliezen hebben aan materiaal. Spoel de inhoud van de recipiënten na met een weinig ultra puur

ANORGANISCHE ANALYSEMETHODEN/WATER

Semi-open microgolfoven destructie met zoutzuur en salpeterzuur

water en leng aan tot de maatstreep. De eindconcentratie aan zoutzuur en salpeterzuur moet minimaal 12% (v/v) en 4% (v/v) bedragen.

Breng na homogeniseren de inhoud over in een kunststof flesje.

7 KWALITEITSCONTROLE

Bij elke serie monsterontsluitingen wordt een blanco bepaling uitgevoerd.

Bij ieder monster wordt een interne standaard (bv. Indium, Rhodium) toegevoegd om een controle te hebben op het ontsluitingsproces. Dit heeft enkel zin bij een analysemethode met multi-elementmogelijkheden.

8 VEILIGHEID

Gebruik microgolfoven destructie in afgesloten recipiënt.

Mogelijk explosiegevaar bestaat bij de ontsluiting van monsters met een hoog gehalte aan gemakkelijke oxydeerbare, organische bestanddelen. Mogelijkheid van het overschuimen van monsters met een hoog gehalte aan gemakkelijk oxydeerbare, organische bestanddelen.

Salpeterzuur, HNO₃

R : 35

S : 223-26-27

- corrosief en irriterend voor huid, ogen en ademhaling
- nooit water in zuur gieten, bij verdunnen altijd salpeterzuur in water gieten
- in donker glazen verpakking bewaren om ontbinding onder invloed van licht met vorming van nitreuze dampen te vermijden

Zoutzuur, HCl

R : 34,35,36,37

S : 26-36/37/39-45

- corrosief en irriterend voor huid, ogen en ademhaling
- nooit water in zuur gieten, bij verdunnen altijd zoutzuur in water gieten

Waterstofperoxide, H₂O₂

R : 34

S : 3-26-36/37/39-45

- het reagens veroorzaakt brandwonden
- het reagens dient koel bewaard te worden
- het gebruik van beschermend kledij is aangeraden
- steeds overvloedig spoelen met water en een dokter raadplegen.