

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 | | | | |
| 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)