

GESLOTEN MICROGOLFOVEN DESTRUCTIE MET SALPETERZUUR

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/I/A.6.3 van oktober 2001.

Voor de bepaling van het "totale metaalgehalte" 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.

Deze destructieprocedure is niet van toepassing voor de bepaling van zilver in water. Daartoe moet een destructie met koningswater worden uitgevoerd (CMA/2/I/A.6.1 of CMA/2/I/A.6.2).

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;
- bij de monsterontsluiting worden enkel zuren en reagentia gebruikt met een hoge zuiverheidsgraad. Deze zuren en reagentia worden zelf bereid door "sub-boiling" destillatie of zijn in de handel verkrijgbaar als Suprapur of Ultrapur;
- het volume zuur wordt zo klein mogelijk gehouden om de blanco bijdrage te minimaliseren;
- 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 deksels worden gereinigd door ze te vullen met enkele ml geconcentreerd salpeterzuur extra pur en ze in de microgolfoven te plaatsen. Ze ondergaan hetzelfde ovenprogramma dat later voor de monsterdestructie zal gebruikt worden. Na afkoelen worden zij zorgvuldig nagespoeld met ultra puur water en worden ze omgekeerd te drogen gezet.

De gebruikte kolven worden voor ieder gebruik gespoeld met een weinig salpeterzuur extra pur en daarna verscheidene malen met ultra puur water.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 4.1 microgolfoven en toebehoren
- 4.2 ontsluitingsrecipiënten in teflon
- 4.3 analytische balans
- 4.4 trechter in glas
- 4.5 doseerpompen voor het toevoegen van zuur
- 4.6 automatische pipet voor het toevoegen van zuur en reagentia en monster.
- 4.7 glazen kolfjes van 25, 50 of 100 ml
- 4.8 plastic flesjes van 50 ml of 100 ml met schroefdop

5 REAGENTIA

- 5.1 salpeterzuur, HNO₃ bereid via subboiling procédé uitgaande van salpeterzuur, HNO₃ G.R. 65 % d = 1,40
- 5.2 salpeterzuur, HNO₃ G.R. 65 % d = 1,40
- 5.3 salpeterzuur, HNO₃ extra pure 65 % d = 1,40 (reiniging materiaal)
- 5.4 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).

6 MONSTERONTSLUITING

Breng 20 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg vervolgens 4 ml HNO₃ (subboiled) toe (respecteer steeds deze monster - zuur verhouding).

Sluit de recipiënten af.

Plaats de recipiënten met hun beschermingsmantel in de carrousel en schroef ze vast in hun positie.

Plaats de carrousel in de microgolfoven en onderwerp het materiaal aan volgend ontsluitingsprogramma:

Tijd	Vermogen	Interne Temperatuur	Externe Temperatuur	Druk
5 min	250 Watt	240°C	50°C	25 Bar
5 min	400 Watt	240°C	50°C	25 Bar
5 min	500 Watt	240°C	50°C	25 Bar
1 min	600 Watt	240°C	50°C	25 Bar
Ventileren	30 min			

Plaats de carrousel na destructie in een waterbad of gootsteen om de monsters te laten afkoelen alvorens de recipiënten te openen.

Open dan voorzichtig de recipiënten gebruikmakend van de momentsleutel en laat eventuele gassen voorzichtig ontsnappen.

De monsters kunnen nu overgebracht worden in het kolfje van 50 ml. Deze handeling dient kwantitatief te gebeuren zodat we geen verliezen hebben. Spoel het deksel af in het recipiënt. Breng het monster over in de maatkolf en leng aan tot de maatstreep met ultra puur water.

Breng na homogeniseren de inhoud over in een kunststofflesje.

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

7 KVALITEITSCONTROLE

Bij elke serie monsterontsluitingen wordt een blanco bepaling uitgevoerd.

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.

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

9 REFERENTIE

- NBN-EN-ISO 15587-2: Water – Ontsluiting voor de bepaling van geselecteerde elementen in water – Deel 2: Ontsluiting met salpeterzuur (ISO 15587-2:2002).