

## **GESLOTEN MICROGOLFOVEN DESTRUCTIE MET ZOUTZUUR EN SALPETERZUUR**

### **1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED**

Deze procedure vervangt de procedure CMA/A.6.1 van november 2001.

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;
- 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;
- 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;
- 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 omrekeningsfaktor 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 kwarts of teflon
- 4.3 analytische balans
- 4.4 doseerpompen voor het toevoegen van zuur
- 4.5 automatische pipet voor het toevoegen van zuur en reagentia en monster.
- 4.6 glazen kolfjes van 25, 50 of 100 ml
- 4.7 plastic flesjes van 50 ml of 100 ml met schroefdop

**5 REAGENTIA**

- 5.1 salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> bereid via subboiling procédé uitgaande van salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> G.R. 65 % d = 1,40
- 5.2 salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> G.R. 65 % d = 1,40
- 5.3 salpeterzuur, HNO<sub>3</sub> extra pure 65 % d = 1,40 (reiniging materiaal)
- 5.4 zoutzuur Suprapur 30% d = 1,15
- 5.5 ultra puur water: (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m<sup>-1</sup>, 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 10 ml monster in het kwarts-ontsluitingsrecipiënt of 20 tot 40 ml monster in het teflon-ontsluitingsrecipiënt. Voeg eventueel interne standaard toe.

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

Voeg achtereenvolgens 3 ml HCl (suprapur) en 1 ml HNO<sub>3</sub> (subboiled) toe per 10 ml monster (respecteer steeds deze monster - zuur verhouding) in het ontsluitingsrecipiënt en sluit de recipiënten af. Controleer steeds het afsluitrubbertje van de kwartsontsluitingsrecipiënten en vervang ze bij slijtage. Plaats de recipiënten met hun beschermingsmantel in de carrousel en schroef ze vast in hun positie.

Plaats de carrousel in de microgolfoven (met de speciale mantel voor de kwartsrecipiënten) 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 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 of 100 ml. Zorg ervoor dat de eindconcentratie aan zoutzuur en salpeterzuur respectievelijk 12% (v/v) en 4%

## **ANORGANISCHE ANALYSEMETHODEN/WATER**

### **Gesloten microgolfoven destructie met zoutzuur en salpeterzuur**

(v/v) bedraagt. Spoel het deksel af in het recipiënt. Deze handeling dient kwantitatief te gebeuren zodat we geen verliezen hebben. Breng de kolf op volume met ultra puur water. 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.

Salpeterzuur, HNO<sub>3</sub>

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

## **9 REFERENTIE**

- NBN-EN-ISO 15587-1: Water – Ontsluiting voor de bepaling van geselecteerde elementen in water – Deel 1: Aqua regia ontsluiting (ISO 15587-1:2002).