

3 INTERFERENTIES

- De hydride generatie techniek is onderhevig aan interferenties door transitie- en gemakkelijk reduceerbare metalen. Metalen welke gemakkelijk reduceerbaar zijn door NaHB_4 zijn oa. Cr, Fe, Cu, Ni en Pb. Mogelijke interferenties kunnen gedetecteerd te worden door een gekende hoeveelheid analiet te adderen aan het analysemonster en de terugvindingsgraad te bepalen. Om matrix effecten te ondervangen kan de standaardadditie methode worden toegepast.
- De meeste organische componenten interfereren met de bepaling van de verschillende analieten. Deze organische componenten zullen bijgevolg verwijderd moeten worden door middel van een gepaste ontsluitingsmethode, alvorens de meting kan gebeuren.

4 OPMERKINGEN

- Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- De monsters worden in een polyethyleen of borosilicaatglas containers verzameld die vooraf werden gespoeld met salpeterzuur (10% v/v) en vervolgens gespoeld met ultra puur water.
- Speciale voorzorgen dienen genomen te worden bij het verwijderen van de natriumboorhydride oplossing. Ter voorkoming van mogelijke explosies dienen de restanten met een overmaat aan zwavelzuur te worden afgebroken alvorens op gepaste wijze te verwijderen.
- Ernstige contaminatieproblemen kunnen optreden zowel bij de bemonstering als bij de bewaring van de monsters. Deze kunnen veroorzaakt zijn door onvoldoende reiniging van de gebruikte recipiënten, verlies van metalen door adsorptie en/of precipitatie in de bemonsteringsrecipiënten te wijten aan onvoldoende aanzuren van de monster-oplossingen.
- Gebruik enkel recipiënten en een filtreersysteem die met zuur en ultra puur water gespoeld zijn.

5 APPARATUUR EN MATERIAAL

5.1 APPARATUUR

Een atomaire absorptie spectrometer uitgerust met een hydride generatie systeem en een verwarmde silica buis of een grafietoven verwarmingselement (bij voorkeur uitgerust met een achtergrond correctie systeem) is aanbevolen. Automatische flow systemen, (flow injectie analyse (FIA) of continue flow analyse (CFA)) voor hydride generatie zijn geschikt en meest gebruikt, niettegenstaande kunnen batch systemen ook ingezet worden.

Gebruik een geschikte stralingsbron welke emitteert bij een golflengte van 193.7 nm voor As, een golflengte van 217.6 nm voor antimoon en een golflengte van 196.0 nm voor seleen.

5.2 GLASMATERIAAL

- 5.2.1 Alle glasmateriaal dient onmiddellijk voor gebruik gespoeld te worden met warm, verdund salpeterzuur (10% v/v) en vervolgens met ultra puur water.

- 5.2.2 Ontsluitingsrecipiënten, deze moeten temperatuurrezistent zijn en geschikt zijn om het monster-zuurmengsel te kunnen bevatten
- 5.2.3 Maatkolven van 50 of 100 ml
- 5.2.4 Refluxkoelers
- 5.2.5 Absorptievaatjes, om vluchtige componenten te kunnen capteren bij een open ontsluiting, ze worden gevuld met verdund salpeterzuur of verdunde aqua regia
- 5.2.6 Kooksteentjes of ruwe glazen parels
- 5.2.7 Elektrische verwarmingstoestel

5.3 GASVOORZIENING

Argon of stikstof

6 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

De gebruikte reagentia hebben een 'pro analyse' zuiverheid.

Het analiet gehalte van het ultra puur water en de reagentia moet verwaarloosbaar zijn ten op zichte van de kleinste te bepalen concentratie.

- 6.1 Ultra puur water: (elektrische geleidbaarheid kleiner dan $0,1 \text{ mS m}^{-1}$, equivalent met een weerstand groter dan $0,01 \text{ M}\Omega \text{ m}$ bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een water zuiveringsstelsel dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}$ (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$).
- 6.2 Zoutzuur (HCl) $d = 1,15 \text{ g/ml}$
- 6.3 Salpeterzuur (HNO_3) $d = 1,4 \text{ g/ml}$
- 6.4 Natrium hydroxide (NaOH)
- 6.5 Natrium tetrahydroboraat oplossing
Los 1 g natriumhydroxide op in 20 ml ultra puur water. Voeg hieraan 3 g natrium tetrahydroboraat (NaBH_4) toe en leng aan tot 100 ml met ultra puur water.
Maak deze oplossing telkens voor gebruik vers aan.

Nota : bij doorstroom systemen wordt aangeraden de instructies van de fabrikant te volgen. Doorgaans is een oplossing van 0.5% natrium tetrahydroboraat en 0.5% natriumhydroxide voldoende geschikt. Deze oplossing is minstens een week stabiel.

- 6.6 Kalium jodide – ascorbine zuur oplossing
Los 5 g kaliumjodide (KI) en 5g L(+)-ascorbinezuur ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) op in 100 ml ultra puur water.
Maak deze oplossing telkens voor gebruik vers aan.

Nota : Het gebruik van ascorbinezuur kan achterwege gelaten worden indien een 20% oplossing van kaliumjodide wordt gebruikt.

BIJLAGE A**ONTSluitING IN EEN OPEN SYStEEM MET ELEKTRISCHE VERWARMING****A.1 Principe**

Een watermonster, met een maximale hoeveelheid vaste stoffen in suspensie van 20 g/l (zie WAC/III/D/002) en een concentratie totale organische koolstof (TOC), uitgedrukt als koolstof, kleiner dan 5 g/l (zie WAC/III/D/050), wordt ontsloten door te koken met aqua regia onder refluxcondities met behulp van elektrische verwarming gedurende minimaal 2 uur en maximaal 8 uur.

A.2 Apparatuur

Borosilicaatglas is onder normale omstandigheden bruikbaar voor de ontsluiting van watermonsters. Als er echter lage concentraties uitloogbare elementen moeten worden geanalyseerd (bijvoorbeeld B, Na, K en Al) kunnen andere materialen gebruikt worden. Zoals kwarts (hoge temperaturen) en polyetheen of polypropreen (lage temperaturen).

- A.2.1 Ontsluitingsrecipiënt, gemaakt van borosilicaatglas en met een nominaal volume van 100 ml
- A.2.2 Refluxkoeler, gemaakt van borosilicaatglas, watergekoeld en met een minimale lengte van 200 mm
- A.2.3 Kooksteentjes of ruwe glazen parels
- A.2.4 Verwarmingstoestel
- A.2.5 Maatkolven van 100 ml

A.3 Procedure

Was alvorens te beginnen alle onderdelen van de ontsluitingsapparatuur die in contact komen met het monster met salpeterzuur. Spoel vervolgens meerdere malen na met ultra puur water.

Breng ongeveer nauwkeurig 50,0 ml \pm 0,2 ml monster in het ontsluitingsrecipiënt.

Voeg hierbij kooksteentjes of glazen parels.

Voeg hierbij 12,0 ml \pm 0,2 ml zoutzuur (6.2) en 4,0 ml \pm 0,2 ml salpeterzuur (6.3).

Bij fel schuimen kunnen één of meer druppels antischuimingsmiddel (6.17) toegevoegd worden.

Schud het mengsel en laat het staan tot de eventuele zichtbare reactie gestopt is.

Sluit het ontsluitingsrecipiënt (A.2.1) aan op de refluxkoeler (A.2.2).

Plaats alles in het verwarmingstoestel en verhoog de temperatuur langzaam tot aan het kookpunt. Zorg ervoor dat de condensatiezone in de refluxkoeler niet hoger komt dan één derde van de hoogte van de koeler.

Houd deze temperatuur minstens 2 uur en maximum 8 uur aan.

Laat na de ontsluiting alles afkoelen. Spoel de refluxkoeler na met ultra puur water en voeg alles bij in het ontsluitingsrecept.

Breng het ontsloten monster kwantitatief over in een geschikte maatkolf, die op voorhand werd gespoeld met een weinig salpeterzuur en ultra puur water.

Leng aan tot de maatstreep.

Indien nodig kan de ontsluitingsoplossing nog gefiltreerd worden.

Opmerking: Als het door de aanwezigheid van vaste stoffen in suspensie onmogelijk is om een representatief volume monster te nemen kan de hoeveelheid monster ook door afwegen bepaald worden. Het is dan wel aangeraden om de dichtheid van het monster te bepalen.