

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 1/8
--	---	--

Änderungshinweis:

Tartalom

1. Cél	2
2. Leírás.....	2
3. A mintakonzerváláshoz felhasznált vegyszerek és reagensek	2
4. Eszközök és segédanyagok	4
5. Kivitelezés	4
5.1. Mintavétel.....	4
5.2. Javasolt mintavétel, paramétercsoportonként.....	5
5.3. Tartósítási eljárások, paraméterenként.....	6
5.4. Fémanalitika.....	8
6. Irodalom.....	8

	erstellt	geprüft	freigegeben
Datum	2007.08.21.	2007.08.21.	2007.08.21.
Unterschrift			
Name	Zsolt Giczi	József Makai	Zsolt Giczi
Abteilung	Laborleiter	Stv-LL	QM-Beauftragter

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 2/8
--	--	--

1. Cél

A vízminták tartósítási, szállítási és kezelési szabályainak áttekintése.

2. Leírás

A vízminták, különösen a felszíni vizek, szennyvizek, valamint felszín alatti vizek esetében a mintavételtől az analízisig terjedő időszak alatt számos fizikai, kémiai, vagy biológiai reakció játszódhat le, mely bizonyos paraméterek vizsgálati eredményeinek megváltozását eredményezheti. Ennek elkerüléséhez a vízminták szakszerű kezelése, bizonyos esetekben konzerválása szükséges. A leírás az UIS Ungarn Laborvizsgáló és Szolgáltató Kft. által vizsgált paraméterekhez javasolt mintatartósítási eljárásokat foglalja össze.

3. A mintakonzerváláshoz felhasznált vegyszerek és reagensek

3.1. Víz, ioncserélt

3.2. Salétromsav

3.2.1. Salétromsav (HNO₃), ρ=1,40 g/ml, nagytisztaságú

3.2.2. Salétromsav, 1+9 hígításban

Egy térfogatrész tömény salétromsavat (**3.2.1.**) óvatosan, állandó keverés közben 9 térfogatrész vízben (**3.1.**) oldunk.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.2.3. Salétromsav, 1+1 hígításban

Egy térfogatrész tömény salétromsavat (**3.2.1.**) óvatosan, állandó keverés közben 1 térfogatrész vízben (**3.1.**) oldunk.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.2.4. Salétromsav, c≈1 mol/L

69 mL tömény salétromsavat (**3.2.1.**) óvatosan, állandó keverés közben vízben (**3.1.**) oldunk, majd a térfogatot kiegészítjük 1 L-re.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.3. Sósav

3.3.1. Sósav (HCl), ρ=1,19 g/ml, nagytisztaságú

3.3.2. Sósav-oldat, 1+9 hígításban

Egy térfogatrész tömény sósavat (**3.3.1.**) óvatosan, állandó keverés közben 9 térfogatrész vízben (**3.1.**) oldunk.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.3.3. Sósav, c≈1 mol/L

88 mL tömény sósavat (**3.3.1.**) óvatosan, állandó keverés közben vízben (**3.1.**) oldunk, majd a térfogatot kiegészítjük 1 L-re.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 3/8
--	--	--

3.4. Kénsav

3.4.1. Kénsav (H_2SO_4), $\rho=1,84$ g/ml, analitikai tisztaságú

3.4.2. Kénsav (H_2SO_4), $c\approx 7,5$ mol/l

500 mL vízhez **(3.1.)** óvatosan, keverés közben hozzáadunk 420 mL tömény kénsavat **(3.4.1.)**. Az oldat térfogatát lehűlés után 1 L-re egészítjük ki.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.4.3. Kénsav (H_2SO_4), $c\approx 4$ mol/l

500 mL vízhez **(3.1.)** óvatosan, keverés közben hozzáadunk 220 mL tömény kénsavat **(3.4.1.)**. Az oldat térfogatát lehűlés után 1 L-re egészítjük ki.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.4.4. Kénsav, $c\approx 0,5$ mol/L

28 mL tömény kénsavat **(3.4.1.)** óvatosan, állandó keverés közben vízben **(3.1.)** oldunk, majd a térfogatot kiegészítjük 1 L-re.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 6 hónap

3.5. Hg-konzerváló oldat

3.5.1. Kálium-dikromát ($K_2Cr_2O_7$), nagy tisztaságú

3.5.2. Kálium-dikromát-oldat (Hg-konzerváló oldat)

0,5 g kálium-dikromátot **(3.5.1.)** vízben **(3.1.)** és 50 mL salétromsavban **(3.2.1.)** oldunk, az oldatot 100 mL-re egészítjük ki.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 3 hónap

3.6. Nátrium-tioszulfát

3.6.1. Nátrium-tioszulfát ($Na_2S_2O_3$), analitikai tisztaságú

3.6.2. Nátrium-tioszulfát-oldat, 0,008%

0,08 g nátrium-tioszulfátot **(3.6.1.)** vízben **(3.1.)** oldunk, az oldatot 1000 mL-re egészítjük ki.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: 3 hónap

3.7. Bróm-reagens-oldat

3.7.1. Kálium-bromát ($KBrO_3$), nagy tisztaságú

3.7.2. Kálium-bromid (KBr), nagy tisztaságú

3.7.3. Bróm-reagens-oldat

2,23 g kálium-bromátot **(3.7.1.)** és 8,0 g kálium-bromidot **(3.7.2.)** oldjunk fel 100 mL vízben **(3.1.)**.

Tárolás: szobahőmérséklet

Eltarthatóság: naponta frissen készíteni

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 4/8
--	---	--

4. Eszközök és segédanyagok

- 4.1. **Mintatároló edények**, műanyag (PE, FEP), üveg, barna üveg
- 4.2. **Fecskendő, membránszűrő**, 45 µm
- 4.3. **Műanyag főzőpohár, mérőhenger**

5. Kivitelezés

5.1. Mintavétel

Folyamatosan üzemelő vízdó berendezésnél 5 perces kifolyás után, szakaszos üzemű vízdó berendezésnél a benne levő vízmennyiség háromszorosának kitermelése után vegyük a mintát. A paramétercsoportonként javasolt mintatartó edényeket és helyszíni tartósítási eljárásokat az **5.2.** pont tartalmazza. A minták további feldolgozására vonatkozó részletes előírások paraméterenkénti bontásban az **5.3.** pontban találhatóak. A nehézfémek meghatározásához szükséges mintavételi előírások az **5.4.** pontban részletezésen is ismertetésre kerülnek.

A mintatartó edényeket és minden, a mintavételhez felhasznált edényt (a szűrőtartót is) a felhasználás előtt gondosan mossunk el. Szennyezett minta vizsgálata után ez edényeket különösen gondosan mossuk el. Az edény további felhasználhatóságát vakpróba végzésével ellenőrizzük! Nyomelemzés esetén ajánlatos mintavételhez új edényzetet alkalmazni.

A mintavétel megtervezésénél, illetve a minta laboratóriumba szállításánál ügyeljünk arra, hogy az egyes paraméterek vizsgálatát vagy a minta további feldolgozását a mintavétel után nagyon rövid határidőn belül meg kell kezdeni. A minták eltarthatóságára vonatkozó információk az **5.3.** pontban találhatóak. Amennyiben a minta laboratóriumba szállítása a mintavétel után 1 napon belül nem oldható meg, a mintát hűtve (1-5 °C) kell tárolni!

A vizsgálatok minél gyorsabb elvégzésének elősegítése végett kérjük, hogy a mintavétel előtt egyeztessen laboratóriumunkkal!

Amennyiben a mintavétellel kapcsolatban kérdése merül fel, kérjük, keresse laboratóriumunkat!

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 5/8
--	---	--

5.2. Javasolt mintavétel, paramétercsoportonként

A táblázat az egyes mintatartó edényekbe, adott tartósítási eljárás után vett mintákból vizsgálható paramétereket tartalmazza. Egyes tartósítási eljárások bizonyos paraméterek vizsgálatát lehetetlenné teszik, ezért kérjük az előírások pontos betartását. A javasolt mintavételi térfogatok a felsorolt paraméterek biztonságos méréséhez szükségesek, ezért kérjük a megfelelő mennyiségű minta megvételét.

Az egyes mintatartó edényeken jól olvashatóan és egyértelműen jelöljük a minta megnevezése mellett az alkalmazott tartósítási eljárást is!

Mintatartó	Vizsgálható paraméterek	Javasolt térfogat
Műanyag (PE) Tartósítószer: nincs	Anionok (NO ₂ , NO ₃ , SO ₄ , PO ₄ , Cl), kationok (Ca, K, Mg, Na, NH ₄), pH, EC, lúgosság, keménység, KOI _{Cr} , KOI _p , bepárlási maradék, összes oldott anyag	1,5-2 L
Műanyag (PE) Tartósítószer: HNO ₃ , 1:1 (3.2.3.) 1 mL/100 mL minta	Fe, Mn, nehézfémek, kivéve Hg, Sn Ivó- és szennyvíznél az eredeti minta, felszíni- és felszín alatti víznél 45µm-es membránszűrőn átszűrt minta, illetve szükség esetén a membránszűrő (adott térfogatú minta átszűrése után!).	0,5 L
Műanyag (FEP) vagy üveg Tartósítószer: Hg tartósító oldat (3.5.2.) 1 mL/100 mL minta	Hg Ivó- és szennyvíznél az eredeti minta, felszíni- és felszín alatti víznél 45µm-es membránszűrőn átszűrt minta, illetve szükség esetén a membránszűrő (adott térfogatú minta átszűrése után!).	legalább 125 mL
Műanyag (PE) Tartósítószer: nincs	Kromát (Cr VI) 45µm-es membránszűrőn átszűrt minta	100 mL
Műanyag (PE) Tartósítószer: HCl (3.3.1.) 10 mL/100 mL minta	Ón (Sn) Ivó- és szennyvíznél az eredeti minta, felszíni- és felszín alatti víznél 45µm-es membránszűrőn átszűrt minta, illetve szükség esetén a membránszűrő (adott térfogatú minta átszűrése után!).	legalább 100 mL
Üveg Tartósítószer: nincs	BTEX, VPH, Illékony halogénezett szénhidrogének	legalább 2 x 100 mL
Üveg Tartósítószer: nincs	PCB, PAH, EPH	legalább 1 L

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminék tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 6/8
--	---	--

5.3. Tartósítási eljárások, paraméterenként

A táblázat paraméterenkénti bontásban tartalmazza az előírt mintatárolási és tartósítási eljárásokat, valamint az adott módon konzervált minták eltarthatóságát.

Paraméter	Mintatartó edény	Tárolási hőmérséklet	Kémiai tartósítás	Eltarthatóság	Megjegyzések
pH	G, PE	1-5 °C	TILOS	6 óra	Levegőbuborék mentesen 24 óra
Vezetőképesség	BG, PE	1-5 °C	TILOS	24 óra	
Lúgosság	G, PE	1-5 °C	TILOS	14 nap	
Keménység	BG, PE	1-5 °C	nem szükséges	1 hét	
	BG, PE	1-5 °C	1 mL / 100 mL HNO ₃ (3.2.4.) pH 1-2	1 hónap	Csak elemanalízissel
Nitrát	G, PE	1-5 °C	nem szükséges	24 óra	
	G, PE	1-5 °C	1 mL / 100 mL HCl (3.3.3.) pH 1-2	1 hét	
	PE	Mélyhűtve	nem szükséges	1 hónap	
Nitrit	G, PE	1-5 °C	nem szükséges	24 óra	
Ammónium	G, PE	1-5 °C	1 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.4.) pH 1-2	21 nap	
	PE	Mélyhűtve	nem szükséges	1 hónap	
Szulfát	G, PE	1-5 °C	nem szükséges	1 hónap	
Foszfát	G, PE	1-5 °C	nem szükséges	1 hónap	Lehetőleg a helyszínen szűrni
Klorid	BG, PE	1-5 °C	nem szükséges	1 hónap	
KOI _{Cr}	G, PE	1-5 °C	1 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.3.)	1 hónap	
Permanganát-Index	G, PE	1-5 °C	0,5 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.2.)	2 nap	
	PE	Mélyhűtve	0,5 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.2.)	1 hónap	
Bepárlási maradék	G, PE	RT	TILOS	4 nap	
	G, PE	1-5 °C	TILOS	7 nap	
Összes oldott anyag	G, PE	RT	TILOS	4 nap	Közvetlen mintavétel után szűrni
	G, PE	1-5 °C	TILOS	7 nap	szűrni, 24 órával mintavétel után
Fémek, kivéve Hg, CrVI, Sn	PE	1-5 °C	1 mL / 100 mL HNO ₃ 1:1 (3.2.3.)	1 hónap	felszíni- és felszín alatti víz 45µm, ivó- és szennyvíz: szűretlen leb.a.köt.: membránszűrő
Hg	FEP, G	1-5 °C	1 mL / 100 mL K ₂ Cr ₂ O ₇ (3.5.2.)	2 hét	felszíni- és felszín alatti víz 45 µm, ivó- és szennyvíz: szűretlen leb.a.köt.: membránszűrő
Cr VI	PE	1-5 °C	nem szükséges	24 óra	45 µm-en szűrt minta
Sn	PE	1-5 °C	1 mL / 100 mL minta HCl (3.3.1.)	1 hónap	felszíni- és felszín alatti víz 45 µm, ivó- és szennyvíz: szűretlen leb.a.köt.: membránszűrő

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 7/8
--	--	--

Paraméter	Mintatartó edény	Tárolási hőmérséklet	Kémiai tartósítás	Eltarthatóság	Megjegyzések
BTEX	G*	1-5 °C	1 mL / 1000 mL Na ₂ S ₂ O ₃ oldat (3.6.2.)	14 nap	Buborékmentesen teletölteni
	G*	1-5 °C	nem szükséges	24 óra	Buborékmentesen teletölteni
Illékony halogénezett szénhidrogének	G*	1-5 °C	1 mL / 1000 mL Na ₂ S ₂ O ₃ oldat (3.6.2.)	14 nap	Buborékmentesen teletölteni
	G*	1-5 °C	nem szükséges	24 óra	Buborékmentesen teletölteni
VPH	G*	1-5 °C	1 mL / 1000 mL Na ₂ S ₂ O ₃ oldat (3.6.2.)	14 nap	Buborékmentesen teletölteni
	G*	1-5 °C	nem szükséges	24 óra	Buborékmentesen teletölteni
PAH	G	1-5 °C	1 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.4.) pH 2	1 hét	Az üvegedényt 95-97%-ban tele kell tölteni
PCB	G	1-5 °C	1 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.4.) pH 2	1 hét	Az üvegedényt 95-97%-ban tele kell tölteni
EPH	G	1-5 °C	1 mL / 100 mL H ₂ SO ₄ (3.4.4.) pH 2	1 hét	Az üvegedényt 95-97%-ban tele kell tölteni
Jelmagyarázat	G G* BG PE FEP RT PN TILOS nem szükséges	Üvegedény Üvegedény teflon vagy üvegcsiszolatos zárással Boroszilikát-üvegedény PE edény tetrafluor-etilén/hexafluor-propilén edény Szobahőmérséklet Mintavétel Konzerválószer használata tilos! Konzerválószer használata nem szükséges			

UIS Ungarn GmbH Móvár	Kurzanweisung Vízminták tartósítása	Dokument: 17-KA-0017 Version: A Seite: 8/8
--	--	--

5.4. Fémanalitika

5.4.1. Fogalmak

Felszíni és felszín alatti vizek esetében az oldott- és a lebegőanyaghoz kötött fémeket, ivóvízben a savoldható fémeket, szennyvízben az összes fémtartalmat vizsgáljuk.

- Oldott fémek: 0,45 µm-es szűrőn átszűrt víz minta oldott elem tartalma
- Lebegőanyaghoz kötött fémek: A fémek azon része, mely a 0,45 µm-es szűrőn visszamaradt frakciót tartalmaz
- Savoldható fémek: Savval történő konzerválás után mérhető elem tartalom
- Összes fém: a szűretlen minta savas feltárása után mért elem tartalom

5.4.2. Fémek, kivéve Hg, Cr VI, Sn

A mintákat 1 mL 1+1 arányban hígított salétromsavval (3.2.3.) konzerváljuk 100 mL-ként. Ivó- és szennyvíz esetében az eredeti mintát használjuk, a felszíni- és felszín alatti vizek esetében szűrt mintát. A szűrést 5.4.7. szerint végezzük el.

Ha a szennyvíz előreláthatólag 1 mg/L-nél több cianidot tartalmaz, akkor a helyszínen nem szabad tartósítani!

5.4.3. Higany (Hg)

A higany meghatározáshoz FEP (tertafluor-etilén/hexafluor-propilén), illetve üvegedények használhatók üveg dugóval.

A mintákat 1 mL kálium-dikromát oldattal (3.5.2.) konzerváljuk 100 mL-ként. Ivó- és szennyvíz esetében az eredeti mintát használjuk, a felszíni- és felszín alatti vizek esetében szűrt mintát. A szűrést 5.4.7. szerint végezzük el.

5.4.4. Kromát (Cr VI)

A vizsgálathoz 45 µm-es membránszűrőn átszűrt mintákat használjuk (ivó- és szennyvíz esetében is!). A szűrt mintákat konzerválás nélkül egy műanyag edénybe töltjük és hűtve (1-5 °C) tároljuk. A vizsgálatnak a mintavételtől számított 24 órán belül meg kell történnie. A szűrést 5.4.7. szerint végezzük el.

5.4.5. Ón (Sn)

A minták óntartalmának meghatározásához külön minta vétele szükséges. A mintát az 5.4.2. alapján vesszük és 10 mL sósavval (3.3.1.) konzerváljuk 100 mL-ként.

5.4.6. Lebegőanyaghoz kötött fémtartalom meghatározása

Ismert mennyiségű (100-1000 mL) mintát szűrjünk át a 45 µm-es membránszűrőn 5.4.7. szerint. A membránszűrőt tegyük félre az analízishez, a szűretet felhasználhatjuk 5.4.2.-5.4.5. pontok szerint mintavételhez.

5.4.7. Membránszűrés

- A szűrőlapot illesszük a tokba.
- A műanyag főzőpoharat alaposan öblítsük át, majd töltsük meg a mintával.
- A fecskendő (szűrőfeltét nélkül!) öblítsük át a mintával.
- A fecskendő (szűrőfeltét nélkül!) töltsük meg a mintával, tegyük rá a szűrőfeltétet, majd a mintát a dugattyú lassú nyomásával szűrjük a megfelelő mintatartó edénybe.

5.4.8. A mintatartó edények tisztítása

A palackot, a kupakot és minden egyéb használt eszközt legalább 24 óráig áztassunk 1 - 9 hígítású salétromsavban (3.2.2.), majd fémionmentes vízzel (5.1.) legalább háromszor öblítsük át. A mosogathoz egyéb mosó- vagy mosogatószert használni nem szabad.

Higany meghatározáshoz a mintatartó edényeket bróm-reagens-oldat (3.7.3.) és sósav-oldat (3.3.2.) 1 - 10 arányú keverékével elmoszuk és ezt követően fémionmentes vízzel (3.1.) legalább 3-szor átöblítjük.

6. Irodalom

17-SOP-020 – Anleitung zur Konservierung und Handhabung von Wasserproben