

De bepaling van totaal, opgelost en particulier
kwik in de Belgische kustzone - 1980.

Marcia BOGAERT
Ghislain DECADT
Labo Analytische Scheikunde
VRIJE UNIVERSITEIT BRUSSEL
Pleinlaan 2,

1050 BRUSSEL

KWIKANALYSES 1980

A. Voorbehandeling van de recipiënten

1. Polyethyleenflessen (Kartell 500 ml)

- spoelen met gedeïoniseerd water (4x)
- vullen met zeepoplossing(extran op 50°C), 4 uur laten staan
- spoelen met gedeïoniseerd water (4x)
- vullen met oplossing van 20 ml/l KMnO_4 (5%) en 10 ml/l H_2SO_4 (1/1) in gedeïoniseerd water, 24 uur laten staan
- spoelen met gedeïoniseerd water (4x)
- vullen met oplossing van 20 ml/l KMnO_4 (5%) en 10 ml/l H_2SO_4 (1/1) in gedeïoniseerd water, 24 uur laten staan
- spoelen met gedeïoniseerd water (4x)

2. Pyrex- en Winkler-flessen (°)

idem als 1., maar daarna nog drogen bij 160°C.

B. Voorzorgen om de stabiliteit van de oplossing te verzekeren

1. Polyethyleenflessen

- onmiddellijk na de staalname : 20 ml/l HNO_3 (1/1) toevoegen
- de monsters invriezen bij -40°C

2. Pyreflessen

- onmiddellijk na de staalname 20 ml/l HNO_3 (1/1) toevoegen
- de monsters bewaren bij kamertemperatuur

3. Winklerflessen

- de Winklerflessen vullen met 200 ml monster
- 4 ml/l H_2SO_4 toevoegen
- 3 ml $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (5%) toevoegen
- de flessen afstoppen en klem op de stop bevestigen
- de flessen bij kamertemperatuur bewaren

(°) Pyrefles : flesje in pyrex met schroefdop van 250 ml

Winklerfles : standaard - BOD fles van 250 ml

C. Voorbehandeling van de filters

1. Voor partikulair kwik

- filters : Millipore 0.45 μm
- filters gedurende 1 tot 3 dagen in bad van 0.01M DPTA (pH6) plaatsen
- daarna de filters enkele keren spoelen in bad van gedeïoniseerd water
- de filters in gedroogde filterhouders brengen (de filters worden niet gedroogd)

2. Voor bepaling van de turbiditeit

- filters : Millipore 0.45 μm
- filters drogen bij 110°C gedurende 90 minuten
- twee uur laten afkoelen en tarreren

D. Voorbehandeling van de filterhouders

- de filterhouders gedurende 2 dagen in een bad van 2% HNO_3 in gedeïoniseerd water plaatsen
- daarna drogen bij 60°C.

E. Bewaren van de bemonsterde filters

- De filters voor partikulair kwik worden na filtratie diepgevroren bij -40°C
- De filters die voor turbiditeitsbepaling dienen, worden bewaard bij kamertemperatuur.

F. Meetmethode

1. Totaal en opgelost kwik (°)

- staal laten ontdooien indien nodig
- 200 ml staal pipetteren in Winkler-fles (de stalen genomen in de Winklerflessen worden gemeten in dezelfde fles na de digestie)

(°) totaal kwik : meting van kwik in ongefiltreerd staal

opgelost kwik : meting van kwik in oplossing na filtratie op

Millipore 0.45 μm of na centrifugatie (StrassentestHEZ)

- 4 ml H_2SO_4 (1/1) en 3 ml $K_2Cr_2O_7$ (5%) toevoegen
- digestie gedurende 16 uur bij $60^\circ C$
- reductie van overmaat $K_2Cr_2O_7$ met 3 ml $HONH_3Cl$ (5%)
- toevoeging van 1 ml $NaBH_4$ (2%) juist voor de meting met de Perkin-Elmer MAS 50
- blanco : 200 ml gedeïoniseerd water met dezelfde hoeveelheden reagentia.

2. Kwik in particulier materiaal

- staal laten ontdooien indien nodig
- filter overbrengen in Winkler-fles en 4 ml H_2SO_4 (1/1) toevoegen
- na oplossen van de filter : 10 ml HNO_3 (1/1) en 15 ml $KMnO_4$ (5%) toevoegen
- digestie gedurende 16 uur bij $60^\circ C$
- reductie van de overmaat $KMnO_4$ met 15 ml $HONH_3Cl$ (5%)
- volume in Winkler-fles op 200 ml brengen met gedeïoniseerd water
- toevoeging van 1 ml $NaBH_4$ (2%) juist voor de meting met de MAS 50
- blanco : blancofilter met dezelfde hoeveelheden reagentia.

Opmerking

De filters voor turbiditeitsmeting drogen bij $110^\circ C$, daarna 2 uur laten afkoelen in exciccator en wegen.

Er wordt naderhand ook een kwikbepaling uitgevoerd op deze filters (cfr. kwik in particulier materiaal)

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : mei 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g}/\text{l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g}/\text{l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen in polyethyleenflessen

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	0.062	0.069	0.071	0.036	0.046	
3	0.050	0.063	0.051	0.120	0.069	
2	0.064	0.060	0.091	0.043	0.088	
1	0.075	0.070	0.094	0.074	0.104	

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 _____ V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : mei 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monstername in Pyreflessen

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	0.043	-	0.055	-	0.049	
3	-	-	-	-	0.049	
2	-	0.046	-	0.036	0.072	
1	0.055	-	-	0.072	0.104	

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 ————V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : mei 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen in Winklerflessen

	raai	1	2	3	4	5
5	-	-	-	-	-	-
4	0.047	-	0.065	-	0.052	
3	-	-	-	-	0.053	
2	-	0.054	-	0.039	0.074	
1	0.062	-	-	0.058	0.108	

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : mei 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Opgelost kwik na filtratie

	raai	1	2	3	4	5
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	0.125	-
2	-	-	-	-	0.047	-
1	-	-	-	-	0.080	-

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : mei 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Opgelost kwik na centrifugatie

	raai	1	2	3	4	5
5		-	-	-	-	-
4		0.047	-	-	-	-
3		-	0.065	-	-	0.044
2		-	0.053	-	-	-
1		0.050	-	0.052	-	0.049

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : mei 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Kwik in particulier materiaal - na filtratie

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	0.060	-	-
2	-	-	-	0.072	-	-
1	-	-	-	0.089	-	-

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 ----- V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen met Niskinfles in polyethyleenfles

	raai	1	2	3	4	5
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	0.096	0.066
3	-	-	-	-	0.101	0.117
2	-	-	-	-	0.084	0.105
1	-	-	-	-	0.126	0.138

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g}/\text{l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g}/\text{l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen met Heidolfpomp in polyethyleenfles

	raai	1	2	3	4	5
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	0.098	-	-	-	-
2	-	-	-	-	-	-
1	0.070	-	-	-	-	-

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Metocampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen met Niskinfles in Pyrexflæs

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	0.067
2	-	-	-	-	0.068	-
1	-	-	-	-	0.106	0.067

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g}/\text{l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g}/\text{l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen met Heidolfpomp in Pyrexflæs

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	-
2	-	-	-	-	-	-
1	0.035	-	-	-	-	-

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen met Niskinfles in Winklerfles

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	0.098
2	-	-	-	-	0.093	-
1	-	-	-	-	0.114	0.138

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Totaal kwik - monsternamen met Heidolfpomp in Winklerfles

	raai	1	2	3	4	5
5		-	-	-	-	-
4		-	-	-	-	-
3		-	-	-	-	-
2		-	-	-	-	-
1		0.071	-	-	-	-

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Opgelost kwik na filtratie

	raai	1	2	3	4	5
5		-	-	-	-	-
4		-	-	-	0.078	0.062
3		-	0.114	-	0.081	0.078
2		-	-	-	0.079	0.070
1		0.056	-	-	0.097	0.078

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Opgelost kwik na centrifugatie

	raai	1	2	3	4	5
parallel						
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	0.073
2	-	-	-	-	0.075	-
1	-	-	-	-	0.140	0.119

Nota : - = niet gedaan

n. d.= beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : $0.005 \mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Kwik in particulier materiaal na filtratie

	raai	1	2	3	4	5
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	0.010	0.012
3	-	0.014	-	-	0.017	0.009
2	-	-	-	-	0.033	0.030
1	0.014	-	-	-	0.033	0.035

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Laboratorium : Analytische Scheikunde
 V.U.B. (Prof. Elskens)

Meetcampagne (datum) : juni 1980

Parameter : Kwik

Eenheden : $\mu\text{g/l}$

Detectiegrens : 0.005 $\mu\text{g/l}$

Methode : zie pp. 1-3

Kwik in particulier materiaal - filters van turbiditeit

	raai	1	2	3	4	5
5	-	-	-	-	-	-
4	-	-	-	-	0.016	0.011
3	-	-	-	-	0.024	0.005
2	-	-	-	-	0.032	-
1	-	-	-	-	0.032	0.011

Nota : - = niet gedaan

n. d. = beneden de detectiegrens

Identificatie van de bemonsterde punten : kruisvaart mei 1980

punt 14 : 14.05.120580.1035
punt 24 : 24.05.120580.1150
punt 34 : 34.05.120580.1245
punt 44 : 44.05.120580.1345
punt 43 : 43.05.120580.1515
punt 33 : 33.05.120580.1630
punt 23 : 23.05.120580.1725
punt 13 : 13.05.120580.1818
punt 32 : 32.05.130580.1010
punt 42 : 42.05.130580.1100
punt 41 : 41.05.130580.1200
punt 31 : 31.05.130580.1333
punt 21 : 21.05.130580.1415
punt 22 : 22.05.130580.1510
punt 11 : 11.05.130580.1640
punt 12 : 12.05.130580.1805
punt 45 : 45.05.140580.1145
punt 35 : 35.05.140580.1230
punt 25 : 25.05.140580.1330
punt 15 : 15.05.140580.1430

Identificatie van de bemonsterde punten : kruisvaart juni 1980

punt 24 : 24.05.180680.1030

punt 34 : 34.05.180680.1130

punt 44 : 44.05.180680.1230

punt 45 : 45.05.180680.1420

punt 35 : 35.05.180680.1510

punt 25 : 25.05.180680.1600

punt 15 : 15.05.180680.1725

punt 14 : 14.05.180680.1920

punt 32 : 32.05.190680.1030

punt 11 : 11.05.190680.1650