

Norme de prelevare, transport și conservare a probelor care se analizează în Laboratorul Național de Referință Aer

Denumire incercare	Norme prelevare, transport si conservare a probelor
<p>Determinarea gravimetrică a pulberilor în suspensie din aerul atmosferic, fracțiile PM10/ PM2.5</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Filtrele neexpuse se condiționează într-o incintă de climatizare minim 48 ore inaintea prelevării. ➤ Filtrele condiționate neexpuse se păstrează in incintă de climatizare maxim 28 zile inainte de prelevare. ➤ Condiționarea se realizează la $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ și umiditate $50\pm 5\%$ ➤ Filtrele folosite pentru prelevarea pulberilor trebuie sa fie confecționate din fibră de sticlă, fibră de cuarț, PTFE sau PTFE cu înveliș de sticlă. ➤ Nu se folosesc filtre care au defecte, cum ar fi: rosături, material neuniform sau lipsă, decolorări ➤ Filtrele se manevrează numai cu penseta ➤ Filtrele trebuie identificate în mod unic ➤ Transportul filtrelor spre și dinspre locul de prelevare se realizează in recipiente acoperite de tipul cutiilor Petri, plasate în containere acoperite, pentru evitarea contaminării ➤ Perioada de prelevare trebuie sa fie de (24 ± 1)ore, fiind inregistrata cu o exactitate de (± 5) min. ➤ Debitul pompei de prelevare a pulberilor pe filtre trebuie sa fie de 2.3 mc/h pentru prelevatoare LVS și 30 mc/h pentru prelevatoare HVS ➤ Debitul pompei trebuie să fie constant pe perioada prelevării
<p>Determinarea Pb, Cd, Ni din pulberile în suspensie, fracția PM10</p>	<p>Laboratorul acceptă pentru analiza metalelor de pe filtre atât probe sub forma de filtre expuse, cât și soluții rezultate în urma mineralizării filtrelor cu pulberi.</p> <p>Pentru filtrele expuse se vor respecta Normele de transport, prelevare, conservare pentru filtrele cu pulberi PM10/PM 2.5.</p> <p>Pentru soluțiile rezultate în urma mineralizării se vor respecta următoarele:</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Mineralizarea se face în conformitate cu prevederile SR EN 14902, folosind 8 ml acid azotic (HNO₃) concentrat, suprapur, $\rho = 1,42 \text{ g/ml}$, concentrație 69% și 2 ml apă oxigenată (H₂O₂), concentrație 30% ➤ se folosește un program de temperaturi care să permită digestia totală a filtrelor și trecerea în totalitate în soluție a metalelor reținute pe filtre ➤ Vasele de mineralizare se spală în prealabil cu soluție de acid azotic 3% si apoi cu apa ultrapură (conductivitate $0.055 \mu\text{S /cm}$); la sfârșitul mineralizării vasele se spală cu apă

	<p>ultrapură; apa de spălare se colectează în același vas</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Proba dezagregată se transvazează din vasele de digestie în baloane cotate de 50 ml, prin hârtie de filtru Whatman, 42, ashless, spălând cu apă ultrapură până la trecerea completă a probei solubilizate în balonul cotat, aducând, apoi, la semn cu apă ultrapură. Pentru colectarea filtratului pot fi utilizate și baloane cotate de capacitate mai mare însă acest fapt se va menționa în mod explicit în documentele ce însoțesc proba. ➤ Conservare probelor: nu este necesară, deoarece acestea sunt conservate de acidul azotic rămas în amestecul de mineralizare ➤ Transportul probelor: soluțiile de la mineralizare se pot transporta în baloanele cotate care au fost aduse la semn sau în alte recipiente (din sticlă/plastic) închise, care în prealabil au fost spălate cu acid azotic 3%. Volumul minim de soluție necesar pentru analiza prin AAS este de 5 ml
<p>Determinarea concentrației de benzen în aerul înconjurător. Prelevare prin pompă urmată de desorbție termică și cromatografie în fază gazoasă</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Probele de vor preleva, de preferință, pe o perioadă de 24h, volumul prelevat fiind de maxim 10 l în 24 h, în caz contrar existând riscul de străpungere a umpluturii tubului. ➤ Se va preciza durata prelevării, tipul de prelevator utilizat (volumetric sau masic). ➤ În cazul prelevatoarelor volumetrice se vor prezenta datele referitoare la variația de temperatură și presiune. ➤ Se va nota exact volumul prelevat. ➤ Prelevarea se va face pe tuburi tip standard (oțel inoxidabil, lungime 89 mm, diametru exterior 6.4 mm), umplute cu adsorbant standardizați. ➤ Tuburile aduse pentru analiză trebuie să fie întregi, fără îndoiri la capete. Tuburile îndoite se resping pentru că nu se pot capsula cu capacele de desorbție și prin urmare nu se pot analiza. ➤ Tuburile transportă și se recepționează capsulate cu capacele standard de transport, galbene, închise ermetic imediat după finalizarea prelevării. Tuburile necapsulate se resping. ➤ Dacă nu există și capace de transport, tuburile se pot capsula și cu capace de desorbție, dar trebuie evitată contaminarea prin transportarea în cutii speciale. ➤ Tuburile capsulate se depozitează pe timpul transportului în cutii special destinate numai acestor tuburi, evitându-se contactul cu alte substanțe odorizante care pot contamina proba. ➤ Trebuie să existe un blanc al setului de probe (se va preciza care este acesta) ➤ Tuburile trebuie condiționate cel puțin 15 min înainte de prelevare, dacă sunt utilizate permanent; dacă sunt utilizate discontinuu, este obligatorie condiționarea conform unui program de temperatură mai lung. ➤ Durata maximă între data prelevării și data analizei este de 1 lună. Dacă tuburile nu sunt aduse pentru analiza imediat, se vor depozita în locuri unde nu poate apărea contaminarea cu alți compuși aromatici (de aceea tuburile nu se vor depozita direct în frigider, ci în cutii care se introduc în frigider).

<p>Determinarea concentrației de amoniac din aerul înconjurător prin metoda spectrofotometrică</p>	<p>1. Prelevare</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Prelevarea se face cu un debit de 1 l/min pentru probele zilnice și 2-3 l/min pentru probele la 30 min ➤ Tubul de aspirare, precum și tuburile de legătură trebuie să fie din cauciuc sau din material inert ➤ Proba se trimite în cel mai scurt timp în laborator în vederea analizei, deoarece schimbările de temperatură și presiune afectează solubilitatea din proba ce urmează a fi analizată; ➤ Recipientele folosite la prelevare trebuie să fie din sticlă; acestea se spală înainte de folosire cu o soluție de detergent, se clătesc abundant cu apă de la robinet, apoi se clătesc la final cu apă ultrapură. Frita se spală doar cu apă de la robinet și se clătește cu apă ultrapură. <p>2. Transport</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Probele trebuie să fie transportate în lazi frigorifice, la temperaturi cuprinse între 1°C și 5 °C; ➤ Recipientele cu probe trebuie să fie etichetate corespunzător (să nu existe riscul confundării probelor); ➤ Recipientele cu probe trebuie să fie etanșe, astfel încât să nu existe pierderi de lichide prin evaporare sau vărsare ➤ Probele trebuie să fie însoțite de formularul de prelevare pus la dispoziție de laborator; <p>3. Conservare și depozitare probe</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Conservare la rece și la întuneric, între 1°C și 5°C ➤ Durata maximă între recoltare și analiză: 24 h pentru probe la 30 min, 48 h pentru probe zilnice
<p>Determinarea concentrațiilor de fluorură, clorură, azotit, bromură, azotat, fosfat, sulfat din ape cu contaminare redusă prin metoda ion cromatografică</p>	<p>I. PRECIPITAȚII</p> <p>I.1. Prelevare</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Perioada recomandată pentru prelevare: zilnică ➤ Trebuie să se aștepte sfârșitul perioadei de precipitații. Dacă precipitațiile nu s-au oprit după câteva ore, proba poate fi colectată, dar acest lucru va fi trecut ca observație în formularul de prelevare sau în fișa de însoțire a probei; ➤ Recipientele utilizate pentru transportul și depozitarea probelor de precipitații trebuie să fie din polietilenă, teflon sau sticlă; ➤ Dacă nu se pot utiliza recipiente de unică folosință pentru transportul, depozitarea și conservarea probelor pentru determinarea unui element specific, este preferabil să se folosească același set de recipiente; ➤ Pentru a elimina riscul de contaminare a probei, nu se utilizează acizi minerali sau soluții de detergenți alcalini pentru curățarea recipientelor refozosite; acestea se spală din abundență cu

apă de la robinet, se clătesc cu apă de calitate adecvată, se golesc complet, se acoperă cu un capac (dop) și se păstrează într-un loc curat. Nu se recomandă uscarea în aer liber a recipientelor de colectare și transfer, deoarece particulele susceptibile de a contamina proba pot adera pe suprafața uscată și se pot dizolva în apă. Uneori poate fi necesară curățarea și a recipientelor noi, dacă acestea sunt murdare de praf sau conțin reziduuri ale materialului de ambalare. În acest caz se recipientele se spală așa cum a fost descrisă mai sus spălarea recipientelor refoosite;

- Dacă proba urmează să fie congelată, recipientul nu se umple complet și trebuie să fie din material plastic;
- Volumul minim de precipitații trimis spre analiză trebuie să fie de 200 ml;
- Probele se vor filtra în momentul prelevării printr-o membrană filtrantă cu dimensiunea porilor de 0.45μm

I.2. Transport

- După recoltare, probele sunt trimise în cel mai scurt timp în laborator în vederea analizei;
- Probele se transportă în lazi frigorifice, la temperaturi cuprinse între 2°C și 8 °C, în vederea evitării degradării chimice a probelor;
- Recipientele cu probe trebuie să fie etichetate corespunzător (să nu existe riscul confundării probelor), de asemenea acestea trebuie să fie etanșe, astfel încât să nu existe pierderi de lichide;
- Probele de precipitații trebuie să fie însoțite de formularul de prelevare precipitații pus la dispoziție de laborator

I.3. Conservare și depozitare probe

- Dacă durata de păstrare înainte de analiză este de maxim 24 h, conservarea se face prin răcire la temperaturi între 1°C și 5°C; se folosesc recipiente din material plastic sau sticlă
- Dacă durata de păstrare înainte de analiză este de 1-30 de zile, conservarea se face prin congelare la -20°C; se folosesc recipiente din material plastic

II. APA DE SUPRAFATA, APA DE FORAJ

II.1 Prelevare

- Prelevarea se face în recipiente de sticlă sau plastic;
- Pentru a elimina riscul de contaminare a probei, nu se utilizează acizi minerali sau soluții de detergenți alcalini pentru curățarea recipientelor refoosite; acestea se vor spăla din abundență cu apă de la robinet, se clătesc cu apă de calitate adecvată, se golesc complet și se pune dopul;

- La locul recoltării, recipientele se vor clăti de trei ori cu apa de analizat
- Recipientele trebuie să fie umplute complet;
- Dacă proba urmează să fie congelată, recipientele trebuie să fie din material plastic și nu trebuie să fie umplute complet;
- Volumul minim de apă trimis la analiză: 500 ml;

II.2 Transport

- După recoltare, probele sunt trimise în cel mai scurt timp în laborator în vederea analizei.
- Recipientele trebuie să fie etichetate corespunzător (să nu existe riscul confundării probelor)
- Recipientele trebuie să fie etanșe, astfel încât să nu existe pierderi de lichide.
- Probele trebuie să fie transportate în lazi frigorifice, la temperaturi cuprinse între 2°C și 8 °C, în vederea evitării degradării chimice a probelor
- Recipientele cu probele de apă trebuie să fie însoțite formularul de prelevare probe de apă, pus la dispoziție de laborator.

II.3 Conservare și depozitare probe

Probele de apă se vor conserva în același mod ca și probele de precipitații

DECLARAȚIE

Subsemnatul/a
reprezentant al societății/ instituției
cu sediul în, în
calitate de client, declar că la prelevarea, transportul și conservarea probei/ probelor am respectat
prevederile din Normele de prelevare, conservare și transport a probelor pentru acceptarea în laborator,
transmise de Direcția Laboratoare Naționale de Referință din cadrul ANPM.

Nume, prenume:

Data:

Semnătura: