

METALEN MET INDUCTIEF GEKOPPELD PLASMA ATOOMEMISSIESPECTROMETRIE

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure AAC/2/II/B.1 van december 1994.

De elementen aluminium, antimoon, arseen, barium, beryllium, bismut, boor, calcium, cadmium, chroom, fosfor, germanium, ijzer, indium, kalium, kobalt, koper, lanthaan, lithium, lood, magnesium, mangaan, molybdeen, natrium, nikkel, palladium, platina, rhodium, scandium, selenium, silicium, strontium, thallium, titaan, vanadium, tin, wolfram, yttrium, zilver, zink en zwavel kunnen met de beschreven methode in "waterige" oplossingen bepaald worden. Onder de term waterige oplossingen worden waters, uitlogingen, destructievloeistoffen enz. verstaan.

Men maakt een onderscheid tussen de bepaling van opgeloste (gefiltreerd water) en de totale metaalconcentratie (ongefilterd water) waarbij een ontsluitingsmethode dient toegepast te worden.

Voor de bepaling van bovenvermelde metalen in slib, bodem, olie, compost en vaste afvalstoffen worden deze voorafgaandelijk ontsloten zoals beschreven in de verschillende ontsluitingsprocedures.

2 PRINCIPE

De te analyseren oplossing wordt verstoven en als aërosol met behulp van het draaggas argon naar een inductief gekoppeld plasma geleid. De metalen worden in dit plasma (bij een temperatuur van 6000-8000 K) door de toegevoerde thermische energie, in geëxciteerde toestand gebracht. Bij het terugvallen tot de grondtoestand wordt de excitatie energie terug vrijgesteld in de vorm van lichtfotonen. De golflengte van elke uitgezonden lijn in het emissiespectrum is karakteristiek voor elk aanwezig element. De uitgezonden straling kan zowel in axiale als radiale kijkrichting ontleed worden. Een kwantitatieve analyse is mogelijk door kalibratie met ijkoplossingen waarbij een groot concentratiegebied (lineair dynamisch meetbereik : 4 tot 6 grootte orden) een lineair verband bestaat tussen de intensiteit van de emissielijn en de metaalconcentratie.

In de volgende tabel worden voor ieder metaal een aantal emissielijnen gegeven.

Metaal	Emissielijn (nm)	Metaal	Emissielijn (nm)	Metaal	Emissielijn (nm)
Aluminium	396.152	Bismut	223.061	Chroom	205.552
	308.215		190.176		206.149
Antimoon	206.833	Boor	249.773	Fosfor	177.428
	217.581		182.527		213.618
Arseen	188.979		208.959		178.221
	193.696	208.893	214.914		
Barium	455.403	Cadmium	214.438	Germanium	209.426
	233.527		228.802		265.118
Beryllium	313.107	Calcium	317.933		206.866
	313.042				

Metaal	Emissielijn (nm)	Metaal	Emissielijn (nm)	Metaal	Emissielijn (nm)
IJzer	259.940	Palladium	340.458	Titaan	334.941
	239.562		363.470		337.280
Indium	230.606	Platina	214.423		336.121
	325.609		204.937	Vanadium	292.402
Kalium	766.491	Rhodium	343.489		309.311
Kobalt	228.616	Scandium	233.477	Wolfraam	207.911
	238.892		361.384		224.875
Koper	324.754	Seleen	357.253	Yttrium	371.030
	224.700		196.026		324.228
Lanthaan	379.478	Silicium	251.611	Zilver	328.068
Lithium	670.781		212.412		338.289
	610.364		288.158	Zink	213.856
Lood	220.353		252.851		202.548
	216.999	Strontium	407.771	Zirkonium	357.247
Magnesium	279.079		460.733		339.198
	Mangaan	257.610	Telluur		343.823
Molybdeen	202.030	214.281		Zwavel	180.669
	203.844	238.578	182.563		
Natrium	589.592	Thallium	190.800	189.971	
	231.604		276.787		
Nikkel	232.003	Tin	189.933		
	221.647		283.999		

3 INTERFERENTIES

3.1 Spectrale interferenties

Lijnoverlapping ontstaat wanneer in een emissiespectrum spectraallijnen elkaar gaan overlappen, maar treedt meestal pas op bij kritische concentraties voor het stoor- en analyse-element.

Meeratomige deeltjes (gassen : lucht, argon; ionen: N_2^+ , OH^- , NO^+ , CN^- , AlO^+ en NH_2^-) kunnen aanleiding geven tot banden die de spectrale lijnen van het analyse-element overlappen.

Licht ioniseerbare elementen zoals alkali- en aardalkali-metalen kunnen een verschuiving in het ionisatie-evenwicht van het analyse-element teweegbrengen.

3.2 Niet spectrale interferenties

Storingen kunnen optreden doordat de fysische eigenschappen van de standaarden en analyse-oplossingen zoals viscositeit, oppervlaktespanning en dichtheid verschillen. Deze interferenties treden meestal op wanneer monsteroplossingen (die meer dan 10 % (v/v) zuur of meer dan 1500 mg/l opgeloste bestanddelen bevatten) worden geanalyseerd t.o.v. kalibratie standaarden die minder dan 5 % (v/v) zuur bevatten.

De aanwezigheid van kleine deeltjes in de oplossing en de vorming van kristallen bij hoge zoutconcentraties kunnen storingen in de monsteraanvoer en het verstuivingsysteem veroorzaken.

Mogelijke interferenties (spectrale en niet spectrale) worden ondervangen door :

- niet geïnterfereerde spectraallijnen te selecteren om emissiemetingen uit te voeren
- geschikte en gecontroleerde achtergrondcorrectie
- spoelen van de monsteraanvoerleidingen met een oplossing die dezelfde samenstelling heeft als de monsters en standaarden.
- zorgen voor dezelfde zuurconcentratie in monsters en standaarden
- gebruik van interne standaarden (vb Rh, In, ...)

Belangrijke spectrale interferenties (stoorelementen) optredend bij analyse van (afval)water zijn samen met de belangrijkste emissielijnen voor elk te bepalen element weergegeven in volgende tabel.

Element	Emissielijn (nm)	Interferentie	Element	Emissielijn (nm)	Interferentie
Ag	328.068 338.289	Cr	Fe	259.940 238.20	Co
Al	308.215 396.152 167.08	Mn, V, Fe Mo, Cu Fe	K	766.490 769.90	Mg, Ar
As	193.696 197.197 189.042	Fe, Al Fe, Al Al	Li	460.286 670.784	Fe
B	208.959 249.678 247.773	Al, Mo Fe, Cr Fe	Mg	279.079 279.553 285.213	Fe
Ba	233.527 455.403 493.409	Fe, V	Mn	257.610 293.306	Fe, Mo, Cr Al, Fe
Be	313.042 234.861 313.107	V Fe	Mo	202.030 204.598	Al, Fe
Bi	223.061 306.772	Cu Fe, V	Na	589.592 588.995 330.237	Ar
Ca	315.887 317.933 393.366	Co Fe, V	Ni	231.604	Co
Cd	214.438 226.502 228.802	Fe Fe As, Co	P	178.287 213.618 214.914 177.428	I Cu, Fe, Mo, Zn Cu, Al, Mg Cu
Co	228.616	Ti	Pb	220.353 283.306	Al, Co, Ti
Cr	205.552 267.716 283.563 284.325	Fe, Mo Mn, V Fe, Mo Fe	S	182.036 180.669	Cr, Mo Ca
Cu	324.754 327.396	Ti, Fe	Sb	206.833 217.581	Cr, Mg, Co, Mn
			Se	196.026 203.985	
			Si	251.611 212.412 288.158	

Element	Emissielijn (nm)	Interferentie	Element	Emissielijn (nm)	Interferentie		
Sn	235.848 189.980	Mo, Co	V	290.882 292.402 310.230 311.071	Fe, Mo Fe, Mo, Cr Fe, Mn, Ti, Cr		
Sr	407.771 421.552 460.733			W	207.911 209.860 239.709 222.589 202.998	Cu	
Ti	334.941 336.121 337.280 368.520	Ca, Cr, Si Co, Cr			Zn	206.191 213.856	Cr Cu, Ni, Fe

Indien bij controle van het emissiespectrum op een bepaalde golflengte (meestal gevoeligste en minst geïnterfereerde lijn) blijkt dat er een interferentie optreedt, dan wordt er (indien mogelijk) uitgeweken naar een andere niet gestoorde lijn. Bijkomende spectrale interferenties op andere golflengten kunnen gezocht worden in de wavetable.

4 MONSTERBEWARING

- 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 monsteroplossingen.
- Gebruik enkel recipiënten en een filtersysteem die met zuur en water gespoeld zijn.
- Bewaar de aangezuurde monsteroplossingen in polyethyleen of polypropyleen containers. Glazen recipiënten dienen vermeden te worden bij metaalbepalingen op het µg/l niveau of indien boor of silicium bepaald moeten worden.
- Monsters dienen onmiddellijk na de monsternamen aangezuurd te worden met geconcentreerd salpeterzuur tot pH < 2 (meestal volstaat 2 % HNO₃ (v/v)). Na aanzuren worden de monsters donker bewaard bij maximum 4°C.
- Indien silicium en/of boor bepaald dienen te worden, verdient het aanbeveling om een niet aangezuurd deelmonster te nemen in een plastic recipiënt en koel en donker te bewaren. De bewaartermijn is beperkt.

5 APPARATUUR EN MATERIAAL

- ICP-emissiespectrometer met achtergrondcorrectie systeem
- Pneumatisch verstuiersysteem met peristaltische pomp
- Gasaanvoer (inwendig en uitwendig) : argon
- Pipetten
- Maatkolven, glas en plastic: alle maatkolven worden voor gebruik gespoeld met een kleine hoeveelheid salpeterzuur en vervolgens met MQ water.
- Membraanfilter (0.45 µm)
- Filtersysteem

6 REAGENTIA EN STANDAARDEN

Er wordt enkel gebruik gemaakt van reagentia met een hoge zuiverheidsgraad of gedestilleerde zuren (bereid via subboiling procédé) en gebidestilleerd water (MQ 185 water of vergelijkbaar) voor de aanmaak van ijk- en controleoplossingen.

Indien gebruik gemaakt wordt van 1 puntskalibratie is de controle met een onafhankelijk controlemonster ten zeerste aan te bevelen. Indien een breed werkgebied wordt gebruikt gebeurt de controle bij voorkeur op meerdere concentratieniveaus.

Voor ieder metaal zijn 2 onafhankelijke stockoplossingen nodig. De ene wordt gebruikt voor de aanmaak van de ijkoplossingen, de andere voor de aanmaak van controlemonsters. Er kan ook gebruik worden gemaakt van commercieel verkrijgbare multi-element-stockoplossingen.

Uit deze stockoplossingen worden dan standaarden bereid door 1 of meerdere opeenvolgende verdunningen. Aangezuurde standaarden met een concentratie van 10 mg/l of hoger kunnen meerdere maanden (6 maanden) worden bewaard. Lagere concentratie dienen wekelijks te worden aangemaakt.

Indien men vertrekt van mono-element stockoplossingen en hieruit een multi-element standaardoplossing wil bereiden, moeten bepaalde metaalcombinaties worden vermeden. Dit heeft te maken met neerslagvorming (zoals AgCl) of kortere bewaartijd. Zo kunnen best afzonderlijke standaarden van zilver (Ag), barium (Ba) en boor (B) worden bereid omdat zij de neiging hebben om neerslag te vormen.

Standaarden van boor en silicium worden aangemaakt in plastic maatkolven en er wordt bij voorkeur geen zuur toegevoegd. Dit heeft te maken met de hoge achtergrondwaarden voor B en Si in zuren door vrijstelling uit de glazen recipiënten. Deze standaarden zijn dan ook beperkt houdbaar.

Volgende combinaties van metalen leveren normaal geen problemen op:

- Al, Be, Cd, Co, Cu, Fe, Pb, Li, Mn, Mo, Ni, V, Zn, Bi, Sr, W
- Sn, Ti, As, Se, Sb
- Ca, Mg, Na, K
- S, P

Opmerkingen

- De ijkoplossingen die gebruikt worden voor kalibratie worden zo aangemaakt zodat de zuursamenstelling overeenkomt met die van de te meten monsters. Naargelang de gebruikte monstervoorbereiding of destructie zal men dus over meerdere reeksen ijkoplossingen moeten beschikken.
- Indien men bij destructie gebruik maakt van een interne standaard om verliezen op te sporen, dan moet ook worden gekalibreerd voor deze interne standaard. Die kan dan aan 1 of meerdere van de ijkoplossingen worden toegevoegd. Indium (In) en rhodium (Rh)

zijn doorgaans goed geschikt als interne standaard aangezien zij slechts zelden voorkomen in reële monsters (zie ook 9).

- Ondanks het grote lineaire werkgebied van de ICP verdient het toch aanbeveling om de ijking aan te passen aan het merendeel van de monsters. Indien voornamelijk lage concentraties worden gemeten, verdient het aanbeveling om met een lage standaard te ijken. Indien wenselijk kunnen verschillende metaalconcentraties in 1 enkele standaard gecombineerd worden aangepast aan de verwachte concentratie in de monsters.
- Indien de concentraties van de monsters zich situeren in een breed gebied, kan gebruik worden gemaakt van 2 kalibraties voor hetzelfde metaal. Hiertoe meet men dan achtereenvolgens een standaard met lage en hoge concentraties. Voor de berekening van de onbekenden, kiest men de overeenkomstige kalibratie.
- Er moet een kalibratieblanco worden voorzien. Die bevat enkel dezelfde reagentia en zuren als de standaarden. Dit laat toe om te corrigeren voor achtergrondwaarden afkomstig van recipiënten en reagentia.

Een uitgewerkt schema van de bereiding van de standaarden, ijkoplossingen en controleoplossingen is opgenomen in bijlage.

7 ANALYSEPROCEDURE

7.1 Monsterbehandeling

Bepaling van opgeloste metalen van watermonsters

De monsters worden over een 0,45 µm membraanfilter geleid en indien nodig aangezuurd door toevoeging van HNO₃ tot pH < 2 (doorgaans volstaat 2 % (v/v)).

Ontsluitingsmethoden voor de bepaling van totale gehalte aan metalen :

1. Ontsluitingsmethoden voor water

- CMA 2/I/A.6.1 Gesloten microgolfoven destructie met zoutzuur en salpeterzuur
- CMA 2/I/A.6.2 Semi - open microgolfoven destructie met zoutzuur en salpeterzuur
- CMA 2/I/A.6.3 Gesloten microgolfoven destructie met salpeterzuur

2. Ontsluitingsmethode voor vaste afvalstoffen

- CMA 2/II/A.3 Gesloten en semi-open microgolfoven destructiemethode met salpeterzuur, zoutzuur en waterstoffluoride

3. Ontsluitingsmethoden voor afvalolie

- CMA 2/III/F Ontsluitingsmethode voor olie

4. Ontsluitingsmethoden voor compost

- CMA 2/IV/C.6 Bereiding van extracten en analyseoplossingen

7.2 Uitvoeren van de metingen

Voor de instelling en het opstarten van de ICP-AES wordt verwezen naar de gebruikersprocedure van de fabrikant.

Na het opstarten is een stabilisatietijd nodig.

Eerst wordt de kalibratie uitgevoerd. Daartoe wordt de kalibratieblanco gemeten gevolgd door de standaardoplossingen. Indien meerdere standaarden worden gebruikt, dan worden eerst de laagste gemeten.

Na de ijking worden de controlemonsters gemeten. De evaluatie van de controlemonsters kan gebeuren door vergelijking van de bekomen waarde met de werkelijke of met behulp van een controlekaart. De maximaal toelaatbare afwijking is 10 %.

Na de ijking en de controle worden de monsters gemeten. Indien er een destructieblanco is, wordt deze als eerste gemeten.

Op regelmatige tijdstippen (na een tiental monsters) worden de standaardoplossingen opnieuw gemeten en wordt de drift bepaald. Indien deze groter is als 10% moet opnieuw geijkt worden en moeten de metingen gelegen tussen de vorige en de laatste driftcontrole hermeten worden.

Op regelmatige tijdstippen en in ieder geval na iedere kalibratie worden de controleoplossingen hermeten. Zij moeten voldoen aan vooraf ingestelde grenzen of moeten worden getoetst aan de grenzen van de controlekaart.

Alleen resultaten die gelegen zijn in het werkgebied en waarvoor alle controles positief zijn, mogen worden gerapporteerd. In alle andere gevallen moet opnieuw worden gemeten.

Opmerkingen

- Tussen 2 analyse-oplossingen moet voldoende lang worden gespoeld om geheugeneffecten te vermijden.
- Na het wisselen van analyse-oplossing dient men voldoende lang te wachten alvorens de meting te starten. Dit moet zorgen voor een stabiel signaal.

8 BEREKENINGEN

Er wordt een ijkrechte berekend voor ieder metaal waarbij de concentratie wordt uitgezet in functie van de gemeten intensiteit. Lineaire regressie wordt berekend tussen de kalibratieblanco en de standaard. Met deze ijkrechte is het mogelijk om concentraties van onbekenden te berekenen. Indien voor een aantal metalen meerdere kalibraties werden berekend, worden de resultaten berekend met beide kalibraties. In dat geval moet de analist zelf bepalen welk resultaat wordt gerapporteerd.

De berekende waarde geeft de concentratie in de analyse-oplossing weer. Meestal moet deze nog verder worden omgerekend naar het oorspronkelijk monster. Indien een destructieblanco wordt gemeten, dan worden de concentraties van de monsters hiervoor gecorrigeerd. Dit gebeurt door de concentratie van de destructieblanco af te trekken van de concentratie van het monster.

9 KWALITEITSCONTROLE

- Bij elke opstart van het toestel en bij elke serie van een tiental monsters wordt een volledige kalibratie uitgevoerd zoals hierboven beschreven.
- Raadpleging van de "wavetable" ter controle van het emissiesignaal om mogelijke interferentie op te sporen

- Van elk metaal in analyseoplossing worden twee herhalingsmetingen uitgevoerd waarvan het gemiddelde wordt gerapporteerd indien de spreiding kleiner is dan 10% (met uitzondering van blanco metingen).
- Meting van procedureblanco's (voor destructies) ter controle op de zuiverheid van de gebruikte reagentia en de filtreerinstallatie.
- Meten van de multi-element controlestandaarden ter controle van elke nieuwe ijking.
- Hermeten van de ijkoplossingen voor de controle op de drift van het apparaat.
- Selectie van verschillende golflengten (indien mogelijk).
- Bereiding kalibratie oplossingen uitgaande van standaarden met gekende zuiverheidsgraad en nauwkeurig gekend gehalte voor elk metaal.
- Op regelmatige tijdstippen wordt een referentiemonster gemeten en worden de resultaten getoetst aan de gecertificeerde waarden.
- Het meten van Indium en Rhodium ter controle van het destructierendement.
De resultaten voor de verschillende metalen worden aanvaard indien de terugvindingsgraad van ofwel Indium ofwel Rhodium minimaal 85% bedraagt tov. de toegevoegde concentratie. De toevoeging gebeurt vóór destructie rechtstreeks in het ontsluitingsrecipiënt. De ontsluiting voor het betrokken monster wordt herhaald indien voor beide controlestandaarden een lagere terugvindingsgraad wordt bekomen.
- Bij olieanalyses zullen de metaalconcentraties gecorrigeerd worden met de interne standaard.

10 METHODE KARAKTERISTIEKEN

Voor elk metaal moet voor iedere geschikte golflengte een minimum aan validatiegegevens worden verzameld zoals detectielimiet, precisie en juistheid. Alle instrumentele parameters die een invloed hebben op de methodekarakteristieken moeten in principe bij de validatie worden betrokken: kijkrichting in het plasma (axiaal, radiaal), verschillende types verstuivers, enz.

Op basis van de detectielimieten en eventueel kwantificeringslimieten, kunnen de rapporteergrenzen voor iedere golflengte en toestelinstelling worden vastgelegd.

11 VEILIGHEID

Metaalzouten en standaardoplossingen van metalen

- vele metaalzouten zijn zeer toxisch.
- Handelingen uitvoeren in een trekkast.
- Dragen van handschoenen en veiligheidsbril wordt ten sterkste aangeraden.

Zuren

- Zuren zijn corrosief en schadelijk
- Draag steeds handschoenen en veiligheidsbril bij het manipuleren van zuren
- Werk in de trekkast met geconcentreerde zuren.

12 REFERENTIE

EN ISO 11885 (DIN 38406/E22) 1997: Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma Atomemissionspektrometrie

**BIJLAGE: BEREIDING VAN STANDAARDEN, IJKOPLOSSINGEN EN
CONTROLE-OPLOSSINGEN****Bereiding van standaarden en ijkoplossingen***A Stockoplossingen*

- Metaal-stockoplossingen 1000 mg/l:
Ag, As, Be, Bi, Cd, Ge, In, Li, Pd, Pt, Rh, Sb, Se, Ti, Tl, W, Y, Zr
- Metaal-stockoplossingen 10000 mg/l:
Al, B, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Na, La, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sc, Si, Sn, Sr, Te, V, Zn
- Stockoplossing P: 326 mg/l (= 1000 mg/l PO₄)
- Stockoplossing S: 334 mg/l (= 1000 mg/l SO₄)

B Standaardoplossingen

Van de stockoplossingen wordt een multi-element standaard bereid met een hoge concentratie. Deze standaard wordt gebruikt voor het aanmaken van de ijkoplossingen en kan tot 6 maanden bewaard worden.

Niet alle elementen kunnen worden gecombineerd in 1 enkele standaard. Daartoe worden meerdere multi-elementstandaarden bereid.

- Multi-elementstandaard voor As, Be, Cd, Sb, Se, Tl, Ba, Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sn, Sr, Te, V, Zn

Deze oplossing wordt bereid door uitvoeren van de verdunning zoals weergegeven in de tabel. De aangegeven volumes worden in een kolf van 100 ml gebracht. Voeg 10 ml salpeterzuur toe en leng aan.

Metaal	Volume stockoplossing in 100 ml in 10 %HNO ₃	Concentratie stock (mg/l)	eindconcentratie mg/l
As,Be,Cd,Sb,Se,Tl	1ml	1000	10
Sb	0.1 ml	10 000	10
Ba	1 ml	10 000	100
Al,Ca,Co,Cr,Cu,Fe,K,Mg, ,Mn,Mo,Na,Ni,Pb,Sn,Sr, Te,V,Zn	2.5 ml	10 000	250

- Standaardoplossing voor Ag

Zilver wordt best niet gecombineerd met andere metalen om neerslagvorming te voorkomen. De bereiding is analoog zoals hierboven beschreven.

Metaal	Volume stockoplossing in 100 ml in 10 %HNO ₃	Concentratie stock (mg/l)	eindconcentratie mg/l
Ag	1 ml	1000	10

- Multi-elementstandaard voor Pt, Pd, Zr en Te

Bereiding zoals hierboven beschreven.

Metaal	Volume stockoplossing in 100 ml in 10 %HNO ₃	Concentratie stock (mg/l)	eindconcentratie mg/l
Pt	1 ml	1000	10
Pd,Zr	2.5 ml	1000	25
Te	2.5 ml	10 000	250

- Standaardoplossing voor Si

De siliciumstandaard wordt in kunststof kolven bereid en wordt niet aangezuurd.

Metaal	Volume stockoplossing in 100 ml	Concentratie stock (mg/l)	eindconcentratie mg/l
Si	2.5 ml	10 000	250

- Standaardoplossing voor B

De boorstandaard wordt in kunststof maatkolven bereid en niet aangezuurd.

Metaal	Volume stockoplossing in 100 ml	Concentratie stock (mg/l)	eindconcentratie mg/l
B	2.5 ml	10 000	250

C Ijkoplossingen

De ijkoplossingen worden aangemaakt uit de standaardoplossingen of voor sommige elementen rechtstreeks van de stockoplossingen. Ze worden altijd aangemaakt in hetzelfde zuurmengsel als de te meten monsters. Naargelang de gebruikte monstervoorbehandeling kan deze samenstelling variëren en soms dient men over meerdere reeksen standaarden te beschikken.

De ijkoplossingen kunnen een week gebruikt worden. Ook hier geldt dat niet alle metalen kunnen worden gecombineerd in 1 enkele oplossing.

- Ijkblanco

Deze oplossing heeft dezelfde zuursamenstelling als de standaarden en de monsters. Breng de aangepaste hoeveelheid zuren in een maatkolf en leng aan.

- Ijkoplossing 1 voor As, Be, Cd, Sb, Se, Tl, Ba, Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sn, Sr, Te, V, Zn

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie B) in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: As,Be,Cd,Sb,Se,Tl: 100 µg/l

Ba: 1000 µg/l

Al, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sn, Sr, V, Zn: 2500 µg/l

- Ijkoplossing voor Ag

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie B) in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: Ag: 100 µg/l

- Ijkoplossing voor Pt en Te

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie B) in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: Pt: 100 µg/l

Te: 2500 µg/l

- Ijkoplossing voor Pd en Zr

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie B) in een kolf van 10 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: Pd, Zr: 2500 µg/l

- Ijkoplossing voor B

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie B) in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: B: 2500 µg/l

- Ijkoplossing voor Si

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie B) in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: Si: 2500 µg/l

- Ijkoplossingen voor P en S

Deze ijkoplossingen worden rechtstreeks uit de stockoplossingen aangemaakt (zie A).

Ijkoplossing 1 : breng 0.25 ml van de fosforstock en 0.5 ml van de zwavelstock in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: P: 815 µg/l (= 2500 µg/l PO₄)

S: 1669 µg/l (= 5000 µg/l SO₄)

Ijkoplossing 2 : breng 5 ml van de fosforstock en 10 ml van de zwavelstock in een kolf van 100 ml. Voeg de gepaste hoeveelheid zuren toe zodat de zuursamenstelling identiek is aan die van de monsters.

Samenstelling: P: 16.3 mg/l (= 50 mg/l PO₄)
S: 33.4 mg/l (= 100 mg/l SO₄)

- Ijkoplossingen voor de overige metalen

Deze ijkoplossingen worden rechtstreeks bereid uit de stockoplossingen en kunnen desgewenst aan de multi-element ijkoplossing worden toegevoegd. Het betreft de metalen W, Y, Bi, Sc, La, Ti, Li en Ge. Zij worden bereid door verdunning van 0.25 ml stock naar 100 ml.

Samenstelling: 2500 µg/l

- Ijkoplossingen voor hoge concentraties

Voor sommige elementen is het nuttig om ijkoplossingen te bereiden met een hogere concentratie om verdunningen te vermijden.

Bereiding van controle-oplossingen

In de handel verkrijgbare Multi-elementstockoplossingen van Merck en Spex worden gebruikt voor het aanmaken van de controlestandaarden door verdunning. Hieraan worden een aantal Mono-element controle-stockoplossingen toegevoegd.

A Stockoplossingen

- Multi-elementstandaard I : ICP Multi Element Standaard VI van Merck

Deze standaard is in de handel verkrijgbaar bij Merck als 10580 ICP Multi Element Standaard VI en heeft een houdbaarheid van 24 maanden.

Samenstelling: Ag, Al, Ba, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Ga, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Rb, Sr, Te, Tl, U, V: 10 mg/l
As, B, Be, Fe, Se, Zn: 100 mg/l
Ca: 1000 mg/l

- Multi-elementstandaard II : ICP Multi Element Standaard IV van Merck

Deze standaard is in de handel verkrijgbaar bij Merck als 11355 ICP Multi Element Standaard IV en heeft een houdbaarheid van 36 maanden.

Samenstelling: Ag, Al, B, Ba, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, In, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, Tl, Zn : 1000 mg/l

- Multi-elementstandaard III : ICMX2-100 van Spex

Samenstelling : P : 194 mg/l
S : 134 mg/l

- Mono-element stockoplossingen

Deze elementen zijn niet opgenomen in de multi-elementstockoplossingen. Bijgevolg moet een onafhankelijke mono-elementstockoplossing beschikbaar zijn voor de bereiding van de controle-oplossingen.

Het betreft de metalen: Ge, In, La, Pd, Pt, Rh, Sb, Sc, Si, Sn, Te, Ti, W, Y, Zr. Voor elk van deze metalen is een stock van 1 g/l beschikbaar verschillend van deze die wordt gebruikt voor de ijking.

B Controle-oplossingen

Uitgaande van de stockoplossingen worden een of meerdere controle-oplossingen bereid door verdunning tot een concentratie binnen het werkgebied.

Ook hier geldt dat niet alle metalen gecombineerd kunnen worden in eenzelfde oplossing. Dezelfde werkwijze als voor de bereiding van de standaarden kan hier worden gevolgd.