

# METALEN MET INDUCTIEF GEKOPPELD PLASMA ATOOMEMISSIESPECTROMETRIE

## 1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure AACMA/2/II/B.1 van november 2001.

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, seleen, 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, eluaten, destructievloeistoffen enz. verstaan.

Men maakt een onderscheid tussen de bepaling van opgeloste (gefiltreerd water) en de totale metaalconcentratie (ongefiltreerd 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.

De in deze procedure geschreven referentiemethode is gebaseerd op ISO 11885:1996, daarnaast kan de ICP-MS techniek worden toegepast conform ISO 17294-2:2004.

## 2 PRINCIPE

De te analyseren oplossing wordt verstoven en als aërosol met behulp van het draaggas argon naar een inductief gekoppeld plasma (ICP) 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 en wordt gemeten met een atomaire emissiespectrometer (AES). 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 tabel 1 worden voor ieder metaal de belangrijke emissielijnen gegeven.

## 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 analyseoplossingen 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 verstuiwingsysteem 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, Sc, Y ...)

Tabel 1. De belangrijke emissielijnen en spectrale interferenties (stoorelementen) voor elk te bepalen element optredend bij analyse van (afval)water.

| Element | Emissielijn (nm)                                    | Interferentie             |
|---------|---|---------------------------|
| Ag      | 328.068<br>338.289                                  | Cr                        |
| Al      | 308.215<br>396.152<br>167.080                       | Mn, V, Fe<br>Mo, Cu<br>Fe |
| As      | 193.696<br>197.197<br>189.042<br>188.979            | Fe, Al<br>Fe, Al<br>Al    |
| B       | 208.959<br>249.678<br>247.773<br>182.527<br>208.893 | Al, Mo<br>Fe, Cr<br>Fe    |
| Ba      | 233.527<br>455.403<br>493.409                       | Fe, V                     |
| Be      | 313.042<br>234.861<br>313.107                       | V<br>Fe                   |
| Bi      | 223.061<br>306.772<br>190.176                       | Cu<br>Fe, V               |
| Ca      | 315.887<br>317.933<br>393.366                       | Co<br>Fe, V               |
| Cd      | 214.438<br>226.502<br>228.802                       | Fe<br>Fe<br>As, Co        |
| Co      | 228.616<br>238.892                                  | Ti                        |

| Element | Emissielijn (nm)                                    | Interferentie                   |
|---------|---|---------------------------------|
| Cr      | 205.552<br>267.716<br>283.563<br>284.325<br>206.149 | Fe, Mo<br>Mn, V<br>Fe, Mo<br>Fe |
| Cu      | 324.754<br>327.396<br>224.700                       | Ti, Fe                          |
| Fe      | 259.940<br>238.20<br>239.562                        | Co                              |
| Ge      | 209.426<br>265.118<br>206.866                       |                                 |
| In      | 230.606<br>325.609                                  |                                 |
| K       | 766.490<br>769.90                                   | Mg, Ar                          |
| La      | 379.478   |                                 |
| Li      | 460.286<br>670.784<br>610.364                       | Fe                              |
| Mg      | 279.079<br>279.553<br>285.213                       | Fe                              |
| Mn      | 257.610<br>293.306                                  | Fe, Mo, Cr<br>Al, Fe            |
| Mo      | 202.030<br>204.598<br>203.844                       | Al, Fe                          |
| Na      | 589.592<br>588.995<br>330.237                       | Ar                              |

| Element | Emissielijn (nm)                                    | Interferentie                           |
|---------|---|---|
| Ni      | 231.604<br>232.003<br>221.647                       | Co                                      |
| P       | 178.287<br>213.618<br>214.914<br>177.428<br>178.221 | I<br>Cu, Fe, Mo, Zn<br>Cu, Al, Mg<br>Cu |
| Pb      | 220.353<br>283.306<br>216.999                       | Al, Co, Ti                              |
| Pd      | 340.458<br>363.470                                  |   |
| Pt      | 214.423<br>204.937                                  |   |
| Rh      | 343.489<br>233.477                                  |   |
| S       | 182.036<br>180.669<br>182.563<br>189.971            | Cr, Mo<br>Ca                            |
| Sb      | 206.833<br>217.581                                  | Cr, Mg, Co, Mn                          |
| Sc      | 361.384<br>357.253                                  |   |
| Se      | 196.026<br>203.985                                  |   |
| Si      | 251.611<br>212.412<br>288.158<br>252.851            |   |
| Sn      | 235.848<br>189.980<br>189.933<br>283.999            | Mo, Co                                  |

| Element | Emissielijn (nm)   | Interferentie                              |
|---------|--|--|
| Sr      | 407.771<br>421.552<br>460.733                                  |  |
| Te      | 214.281<br>238.578   |  |
| Ti      | 334.941<br>336.121<br>337.280<br>368.520                       | Ca, Cr, Si<br><br>Co, Cr                   |
| Tl      | 190.800<br>276.787   |  |
| V       | 290.882<br>292.402<br>310.230<br>311.071<br>309.311            | Fe, Mo<br>Fe, Mo, Cr<br><br>Fe, Mn, Ti, Cr |
| Y       | 371.030<br>324.228   |  |
| W       | 207.911<br>209.860<br>239.709<br>222.589<br>202.998<br>224.875 | Cu   |
| Zn      | 206.191<br>213.856<br>202.548                                  | Cr<br>Cu, Ni, Fe                           |
| Zr      | 357.247<br>339.198<br>343.823                                  |  |

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 opgezocht worden in de golflengtetabel.

#### 4 MONSTERBEWARING

- Ernstige contaminatieproblemen kunnen optreden zowel bij de monsterneming 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 monsternemingsrecipiënten te wijten aan onvoldoende aanzuren van de monster-oplossingen.
- Gebruik enkel recipiënten en een filtreersysteem 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 monsternaming aangezuurd te worden met geconcentreerd salpeterzuur tot pH < 2 (meestal volstaat 2 % HNO<sub>3</sub> (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 bij maximum 4°C. De bewaartermijn is beperkt.

#### 5 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 5.1 ICP-emissiespectrometer met achtergrondcorrectie systeem
- 5.2 pneumatisch verstuiersysteem met peristaltische pomp
- 5.3 gasaanvoer (inwendig en uitwendig) : argon
- 5.4 pipetten
- 5.5 maatkolven, glas en plastic: alle maatkolven worden voor gebruik gespoeld met een kleine hoeveelheid salpeterzuur en vervolgens met ultra puur water.
- 5.6 membraanfilter (0.45 µm)
- 5.7 filtreersysteem

#### 6 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

Voor de aanmaak van ijk- en controleoplossingen wordt er enkel gebruik gemaakt van reagentia met een hoge zuiverheidsgraad of gedestilleerde zuren (bereid via subboiling procédé) en ultra puur water (elektrische geleidbaarheid kleiner dan 0,1 mS m<sup>-1</sup>, equivalent met een weerstand groter dan 0,01 MΩ m bij 25°C). Het wordt aangeraden water te gebruiken van een water zuiveringssysteem dat ultra puur water levert met een weerstand groter dan 0,18 MΩ m (doorgaans door leveranciers uitgedrukt als 18 MΩ cm).

Bij 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 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 dat 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;
- 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 controle-oplossingen is opgenomen in bijlage.

## 7 ANALYSEPROCEDURE

### 7.1 Monsterbehandeling

#### 7.1.1 bepaling van opgeloste metalen van watermonsters

De monsters worden over een 0,45 µm membraanfilter geleid en indien nodig aangezuurd door toevoeging van geconcentreerd HNO<sub>3</sub> tot pH < 2 (doorgaans volstaat 2 % (v/v)).

#### 7.1.2 ontsluitingsmethoden voor de bepaling van totale gehalte aan metalen:

##### 7.1.2.1 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

##### 7.1.2.2 ontsluitingsmethode voor vaste afvalstoffen

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

##### 7.1.2.3 ontsluitingsmethoden voor afvalolie

CMA 2/III/F Ontsluitingsmethode voor olie

## 7.1.2.4 ontsluitingsmethoden voor compost

CMA 2/IV/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 gebruikers-procedure 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 standaardoplossingen worden gebruikt, dan worden eerst de laagste gemeten.

Na de meting van de ijkoplossingen ( ijkning) 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 ijkning 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 opnieuw gebeuren.

Op regelmatige tijdstippen en in ieder geval na iedere kalibratie worden de controle-oplossingen 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 analyseoplossingen moet voldoende lang worden gespoeld om geheugeneffecten te vermijden;
- na het wisselen van analyseoplossing 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 analyseoplossing 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 ijkning.

- 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 toevoegen van een interne standaard (mogelijks on-line) om matrix effecten en fysische effecten te ondervangen wordt aanbevolen. De selectie van de interne standaard dient zorgvuldig te gebeuren. De uitgevoerde correctie op basis van de intensiteit van de interne standaard dient eveneens met de nodige zorg te gebeuren daar de verschillende analyselijnen niet altijd op dezelfde manier reageren als de gekozen analyselijns voor 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

- ISO 11885: 1996; Waterkwaliteit - Bepaling van 33 elementen met atomaire-emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma
- ISO 17294-2: Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 2: Determination of 62 elements



## BIJLAGE:

## BEREIDING VAN STANDAARDOPLOSSINGEN, IJKOPLOSSINGEN EN CONTROLEOPLOSSINGEN

### 1 BEREIDING VAN STANDAARDOPLOSSINGEN EN IJKOPLOSSINGEN

#### 1.1 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, Sb, Na (zie tabel 1.2.1)
- Stockoplossing P: 326 mg/l (= 1000 mg/l PO<sub>4</sub>)
- Stockoplossing S: 334 mg/l (= 1000 mg/l SO<sub>4</sub>)

#### 1.2 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.

##### 1.2.1 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 <sub>3</sub> | 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                   |

##### 1.2.2 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 <sub>3</sub> | Concentratie stock (mg/l) | Eindconcentratie mg/l |
|--------|---|---------------------------|-----------------------|
| Ag     | 1 ml  | 1000                      | 10                    |



**1.2.3 multi-elementstandaard voor Pt, Pd, Zr en Te**

Bereiding zoals hierboven beschreven.

| Metaal | Volume stockoplossing<br>in 100 ml in 10 %HNO <sub>3</sub> | Concentratie<br>stock (mg/l) | Eindconcentratie<br>mg/l |
|--------|--|------------------------------|--------------------------|
| Pt     | 1 ml   | 1000                         | 10                       |
| Pd,Zr  | 2.5 ml   | 1000                         | 25                       |
| Te     | 2.5 ml   | 10 000                       | 250                      |

**1.2.4 standaardoplossing voor Si**

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

| Metaal | Volume stockoplossing<br>in 100 ml | Concentratie<br>stock (mg/l) | Eindconcentratie<br>mg/l |
|--------|------------------------------------|------------------------------|--------------------------|
| Si     | 2.5 ml                             | 10 000                       | 250                      |

**1.2.5 standaardoplossing voor B**

De boorstandaard wordt in kunststof maatkolven bereid en niet aangezuurd.

| Metaal | Volume stockoplossing<br>in 100 ml | Concentratie<br>stock (mg/l) | Eindconcentratie<br>mg/l |
|--------|------------------------------------|------------------------------|--------------------------|
| B      | 2.5 ml                             | 10 000                       | 250                      |

**1.3 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.

**1.3.1 ijkblanco**

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

**1.3.2 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 1.2) 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

**1.3.3 ijkoplossing voor Ag**

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie 1.2) 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

### 1.3.4 ijkoplossing voor Pt en Te

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie 1.2) 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

### 1.3.5 ijkoplossing voor Pd en Zr

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie 1.2) 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

### 1.3.6 ijkoplossing voor B

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie 1.2) 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

### 1.3.7 ijkoplossing voor Si

Breng 1 ml van de overeenkomstige standaardoplossing (zie 1.2) 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

### 1.3.8 ijkoplossingen voor P en S

Deze ijkoplossingen worden rechtstreeks uit de stockoplossingen aangemaakt (zie 1.1).

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 PO<sub>4</sub>)  
S: 1669 µg/l (= 5000 µg/l SO<sub>4</sub>)

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 PO<sub>4</sub>)  
S: 33.4 mg/l (= 100 mg/l SO<sub>4</sub>)

### 1.3.9 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 of 25 mg/l afhankelijk van de concentratie in de stockoplossing.

### 1.3.10 ijkoplossingen voor hoge concentraties

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

## 2 BEREIDING VAN CONTROLEOPLOSSINGEN

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.

## 2.1 Stockoplossingen

### 2.1.1 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

### 2.1.2 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

### 2.1.3 multi-elementstandaard III: ICMX2-100 van Spex

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

### 2.1.4 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.

## 2.2 Controleoplossingen

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 standaardoplossingen kan hier worden gevolgd.