

ZWARE METALEN

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure AAC/2/IV/C.19 van september 1994.

De zware metalen cadmium (Cd), chroom (Cr), koper (Cu), nikkel (Ni), lood (Pb) en zink (Zn) worden door middel van inductief gekoppeld plasma atoomemissiespectrometrie (ICP-AES) of atoomabsorptiespectrometrie (AAS) bepaald in de analyseoplossing (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.3.). De ICP-AES analysemethode is beschreven in de compendium methode CMA/2/I/B.1 en de AAS analyse in onderstaande methode.

Afhankelijk van het gehalte aan een bepaald element, wordt bij de AAS analyse de vlam of de grafietoven gebruikt. De onderste bepalingsgrenzen van beide technieken worden in onderstaande tabel weergegeven. Indien het gehalte aan een bepaald element in het analysemateriaal, resp. in de analyseoplossing, hoger is dan weergegeven voor de vlam in de tabel, dient voor dit element de vlamtechniek toegepast te worden.

Tabel : Onderste bepalingsgrens

| ELEMENT | VLAM | | GRAFIETOVEN | |
|---------|-----------------------------|-----------------------|-----------------------------|-----------------------|
| | ANALYSEMAT. (mg/kg d.s.) | ANALYSEOPL. (mg/l) | ANALYSEMAT. (mg/kg d.s.) | ANALYSEOPL. (µg/l) |
| Cd | 2 | 0,04 | 0,1 | 2 |
| Cr | 10 | 0,2 | 0,5 | 10 |
| Cu | 10 | 0,2 | 0,5 | 10 |
| Ni | 10 | 0,2 | 0,5 | 10 |
| Pb | 20 | 0,4 | 1 | 20 |
| Zn | 2 | 0,04 | - | - |

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1 atoomabsorptiespectrometer bestemd voor metingen met vlam en met grafietoven, voorzien van een systeem voor achtergrondcorrectie.

3 REAGENTIA

3.1 geconcentreerd salpeterzuur, 65 %, d. 1,40

3.2 verdund salpeterzuur ongeveer 7 M:

- 1 l geconcentreerd salpeterzuur mengen met 1 l. water en afkoelen

3.3 salpeterzuur 0,5 M:

- 69 ml verdund salpeterzuur ongeveer 7 M aanlengen tot 1 l. en mengen

3.4 stockoplossing Cd (1000 mg/l):

- 1 g zuiver cadmiummetaal in 69 ml verdund salpeterzuur ongeveer 7 M oplossen, aanlengen tot 1 l en mengen

3.5 stockoplossing Cr (1000 mg/l):

- 3,735 g zuiver kaliumchromaat (K_2CrO_4) oplossen en aanlengen tot 1 l met salpeterzuur 0,5 M en mengen

3.6 stockoplossing Cu (1000 mg/l):

- 1 g zuiver kopermetaal oplossen in 69 ml verdund salpeterzuur ongeveer 7 M, aanlengen tot 1 l en mengen

- 3.7 stockoplossing Ni (1000 mg/l):
- 1 g zuiver nikkelmetaal oplossen in 69 ml verdund salpeterzuur ongeveer 7 M, aanlengen met 1 l en mengen
- 3.8 stockoplossing Pb (1000 mg/l):
- 1,598 g zuiver loodnitraat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) oplossen en aanlengen tot 1 l met salpeterzuur 0,5 M en mengen
- 3.9 stockoplossing Zn (1000 mg/l):
- 1 g zuiver zinkmetaal oplossen in 69 ml verdund salpeterzuur ongeveer 7 M, aanlengen tot 1 l en mengen
- 3.10. modifier-oplossing 0,1 % KH_2PO_4 :
- 0,1 g kaliumdiwaterstoffosfaat (KH_2PO_4) oplossen en aanlengen tot 100 ml. Bewaren in plastic fles

4 ANALYSEPROCEDE

4.1 Bereiding van de analyse- en de blanco-oplossing

Teneinde metingen te verrichten binnen het dynamisch meetbereik van de methode (cfr. 4.3) dient de analyseoplossing (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.3) alsook de blanco-oplossing (cfr CMA/2/IV/6 punt 4.3), eventueel in een gepaste verhouding verdund te worden (verdunningsfactor = D) met salpeterzuur 0,5 M .

4.2 Bereiding van de standaardoplossingen

Uitgaande van de stockoplossingen wordt voor elk te bepalen element een standaardreeks bereid, na het uitvoeren van gepaste verdunningen met salpeterzuur 0,5 M. Deze standaardreeks dient te bestaan uit minimaal 5 oplossingen met toenemende concentratie, zodanig dat het hele dynamische meetbereik van de methode (cfr. 4.3) wordt bereikt. De standaardoplossingen worden bereid in plastic maatkolven en zijn slechts 1 week houdbaar.

4.3 Atoomabsorptie-metingen

Afhankelijk van het gehalte aan zware metalen (cfr. 1) wordt de vlam of de grafietoven gebruikt. Volg de richtlijnen van de constructeur om het apparaat in optimale omstandigheden te gebruiken. De specifieke meetvoorwaarden worden hieronder per element weergegeven. Bepaal achtereenvolgens het signaal van de standaard - (4.2) en de eventueel verdunde analyse - (4.1) en blanco-oplossingen (4.1).

CADMIUM

| | VLAM | VLAMLOOS |
|--------------------------|----------------------------|--------------------------------|
| Golflengte | 228,8 nm | 228,8 nm |
| Spleetbreedte | 0,7 nm | 0,5 nm |
| Dynamisch meetbereik | 0,1 – 2,5 mg/l | 1 - 10 $\mu\text{g/l}$ |
| Achtergrondcorrectie | Deuteriumlamp | deuteriumlamp |
| Signaal | Absorbantie | piekoppervlakte of -hoogte |
| Aard vlam of grafietoven | lucht-acetyleen, oxyderend | PPG (1) + platform |
| Thermisch programma | - | 160 - 650 - 2000 °C |
| Modifier | - | 0,1 % KH_2PO_4 |

KOPER

| | VLAM | VLAMLOOS |
|----------------------|---------------|------------------------|
| Golflengte | 324,8 nm | 324,8 nm |
| Spleetbreedte | 0,7 nm | 0,5 nm |
| Dynamisch meetbereik | 0,5 – 10 mg/l | 5 - 50 $\mu\text{g/l}$ |

| | | |
|--------------------------|----------------------------|----------------------------|
| Achtergrondcorrectie | - | deuteriumlamp |
| Signaal | Absorbantie | piekoppervlakte of -hoogte |
| Aard vlam of grafietoven | lucht-acetyleen, oxyderend | PPG (1) |
| Thermisch programma | - | 160 - 650 - 2300 °C |
| Modifier | - | - |

(1) pyrolytisch gecoate grafietbuis

CHROOM

| | | |
|--------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | VLAM | VLAMLOOS |
| Golflengte | 357,9 nm | 357,9 nm |
| Spleetbreedte | 0,7 nm | 0,2 nm |
| Dynamisch meetbereik | 0,5 – 10 mg/l | 5 - 50 µg/l |
| Achtergrondcorrectie | | deuteriumlamp |
| Signaal | Absorbantie | piekoppervlakte of -hoogte |
| Aard vlam of grafietoven | lucht-acetyleen, oxyderend | PPG (1) |
| Thermisch programma | - | 160 - 650 - 2500 °C |
| Modifier | - | - |

NIKKEL

| | | |
|--------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | VLAM | VLAMLOOS |
| Golflengte | 232,0 nm | 232,0 nm |
| Spleetbreedte | 0,2 nm | 0,2 nm |
| Dynamisch meetbereik | 0,5 – 10 mg/l | 5 - 50 µg/l |
| Achtergrondcorrectie | Deuteriumlamp | deuteriumlamp |
| Signaal | Absorbantie | piekoppervlakte of -hoogte |
| Aard vlam of grafietoven | lucht-acetyleen, oxyderend | PPG (1) |
| Thermisch programma | - | 160 - 650 - 2400 °C |
| Modifier | - | - |

(1) pyrolytisch gecoate grafietbuis

LOOD

| | | |
|--------------------------|----------------------------|----------------------------|
| | VLAM | VLAMLOOS |
| Golflengte | 283,3 nm | 283,3 nm |
| Spleetbreedte | 0,7 nm | 0,5 nm |
| Dynamisch meetbereik | 2 – 20 mg/l | 10 - 100 µg/l |
| Achtergrondcorrectie | Deuteriumlamp | deuteriumlamp |
| Signaal | Absorbantie | piekoppervlakte of -hoogte |
| Aard vlam of grafietoven | lucht-acetyleen, oxyderend | PPG (1) + platform |
| Thermisch programma | - | 160 - 500 - 2000 °C |
| Modifier | - | - |

ZINK

| | | |
|--------------------------|----------------------------|----------|
| | VLAM | VLAMLOOS |
| Golflengte | 213,9 nm | - |
| Spleetbreedte | 0,7 nm | - |
| Dynamisch meetbereik | 0,1 – 2,5 mg/l | - |
| Achtergrondcorrectie | Deuteriumlamp | - |
| Signaal | Absorbantie | - |
| Aard vlam of grafietoven | lucht-acetyleen, oxyderend | - |
| Thermisch programma | - | - |
| Modifier | - | - |

(1) pyrolytisch gecoate grafietbuis

5 BEREKENING

Bepaal de concentratie aan zware metalen in de eventueel verdunde analyse- en blanco-oplossing aan de hand van een standaardcurve, waarbij het signaal (absorbantie voor de vlamtechniek, piekhoogte of -oppervlakte voor de grafietoven-techniek) wordt uitgezet in functie van de concentratie (mg/l voor de vlam, µg/l voor de grafietoven). Het gehalte aan zware metalen in het analysemateriaal wordt uitgedrukt op de droge stof in mg/kg droge stof, en berekend met behulp van volgende formule :

$$\text{Gehalte aan M (mg/kg droge stof)} = \frac{(C_x - C_b) \cdot D \cdot 10^4}{W \cdot (100 - p)}$$

M = één der zware metalen Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn

C_x = de concentratie (mg/l voor de vlam, µg/l voor de grafietoven) in de eventueel verdunde analyseoplossing

C_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor (cfr. 4.1.)

W = de in methode CMA/2/IV/6 punt 4.3 afgewogen hoeveelheid voorgedroogd monster, in g voor de vlam (nl. 2), in mg voor de grafietoven (nl. 2000)

p = het percentage resterend vocht in het residu van de voordroging (zie CMA/2/IV/1)