

Bepaling van elementen met inductief gekoppeld plasma - massaspectrometrie (ICP-MS)

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft een methode voor de bepaling van aluminium, antimoon, arseen, barium, beryllium, bismuth, boor, cadmium, cesium, calcium, cerium, chroom, , dysprosium, erbium, europium, fosfor, gadolmium, gallium, germanium, goud, hafnium, holmium, ijzer, indium, iridium, kalium, kobalt, koper, kwik, lanthanum, lithium, lood, lutetium, magnesium, mangaan, molybdeen, neodymium, natrium, nikkel, palladium, platinum, praseodymium, rubidium, rhenium, rhodium, ruthenium, samarium, scandium, seleen, strontium, terbium, tellurium, thorium, thallium, thulium, tin, uranium, vanadium, wolfram, yttrium, ytterbium, zilver, zink en zirconium in water (bijvoorbeeld drinkwater, oppervlaktewater, grondwater en afvalwater).

Rekeninghoudend met de specifieke en bijkomende interferenties, kunnen deze elementen ook bepaald worden in de destructievloeistoffen van vernoemde watermatrices.

Het werkgebied is afhankelijk van de matrix en de aanwezige interferenten. In drinkwater en relatief weinig verontreinigde waters, ligt voor de meeste elementen de bepalingsgrens tussen 0.1 µg/l en 1.0 µg/l.

De aantoonbaarheidsgrens van de meeste elementen wordt beïnvloed door blanco contaminatie en hangt in sterke mate af van de laboratoriumomgeving.

De bepalingsgrens is hoger in deze monsters waar de bepaling wordt gestoord door interferenties of in geval van memory effecten.

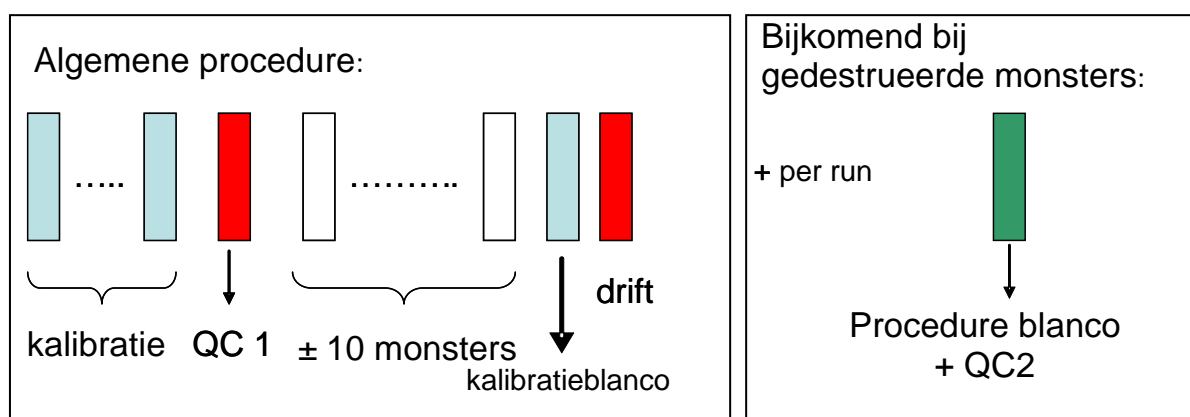
De methode zoals beschreven in ISO 17294-2:2003 is van toepassing mits volgende aanvullingen.

2 AANVULLINGEN BIJ ISO 17294-2:2003

- § 1 Toepassingsgebied:
 - Tabel 1: De weergegeven bepalingsgrenzen zijn indicatief.
 - Omwille van de variabiliteit in isotopische samenstelling van Pb in de natuur, dienen de signaal intensiteiten van ²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb en ²⁰⁸Pb gesommeerd te worden.
- § 3.1 Termen en definities
 - Niet van toepassing
 - Voor een beschrijving van de te hanteren definities wordt verwezen naar WAC/I/B/001
- § 5 Interferenties
 - De controle op de aanwezigheid van mogelijke interferenten is noodzakelijk, maar kan op verschillende manieren worden ingevuld binnen een laboratorium, zoals:
 - Het meten van 2 isotopen per element om spectrale interferenties op te sporen is noodzakelijk (indien analytisch haalbaar en met de minste interferentie) en de beoordeling hiervan dient als “expert judgement” te worden onderbouwd. Voor elk element wordt aangegeven welke de aanbevolen isotoop is, alsook de alternatieve isoto(o)p(en) indien beschikbaar.
 - Het uitvoeren van een voorafgaandelijke screening van de gekende interferenten bij een welgedefinieerde matrix
- § 6 Reagentia

- Andere standaardconcentraties en –oplossingen, controle oplossingen, optimalisatieoplossingen en matrixoplossingen mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- § 7 Apparatuur
 - Recipiënten moeten niet gespoeld worden met warm verdund salpeterzuur, de zuiverheid ervan wordt gecontroleerd en opgevolgd via analyse van blanco's.
- § 8 Monstername
 - Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
 - §8 Bij de bepaling van Ag is een bijkomende stabilisatie nodig met HCl. **Bij de bepaling van Sb is het toevoegen van HCl als stabilisator optioneel.** Daarnaast kan voor de stabilisatie van Sb, mits validatie, ook een andere stabilisator (bv. tartaarzuur, HF) worden gebruikt.
- § 9 Monstervoorbehandeling
 - § 9.1 Het al dan niet toepassen van een filtratie wordt geëvalueerd door een visuele controle.
- § 10 Procedure
 - § 10.1 'Adjust' the instrument with the aid of the optimization solution... moet geïnterpreteerd te worden als 'controleer/optimaliseer'.
 - § 10.1 Het toevoegen van een interne standaard (reference-element solution) kan on-line worden uitgevoerd.
 - § 10.3 De grootte van de interferenties (bij gebruik van correctiefactoren) of de eliminatie van interferenten (bij gebruik van collision of reaction cell) dient gecontroleerd te worden. Mogelijke procedures zijn:
 - Toevoegen van interferenten (bv. Cl, S, P, C) aan de onafhankelijke controle
 - Analyse van een gecertificeerd referentiemateriaal met een matrix representatief voor de te analyseren monsters
 - Additie van interferenten aan het te analyseren monster

Volgende verduidelijking van procedure wordt geformuleerd :



QC 1: onafhankelijk aangemaakte controle;

Drift: kalibratiestandaard of onafhankelijke standaard (QC1);

Bij gedestrueerde monsters dient per run van de microgolfoven/verwarmingstoestel een procedure blanco en een QC monster (QC2), die beiden de hele procedure hebben doorlopen, mee geanalyseerd te worden.

De criteria voor de kwaliteitscontroles dienen binnen het laboratorium zodanig te worden gedefinieerd dat voldaan wordt aan de wettelijk vastgelegde prestatiekenmerken.

3 REFERENTIES

- ISO 17294-1 Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 1: General guidelines
- ISO 17294-2 Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 2: Determination of 62 elements