

Elementen met inductief gekoppeld plasma massa spectrometrie (ICP-MS)

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/I/B.5 van **september 2012**.

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 uitlogingen en destructievloeistoffen.

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.

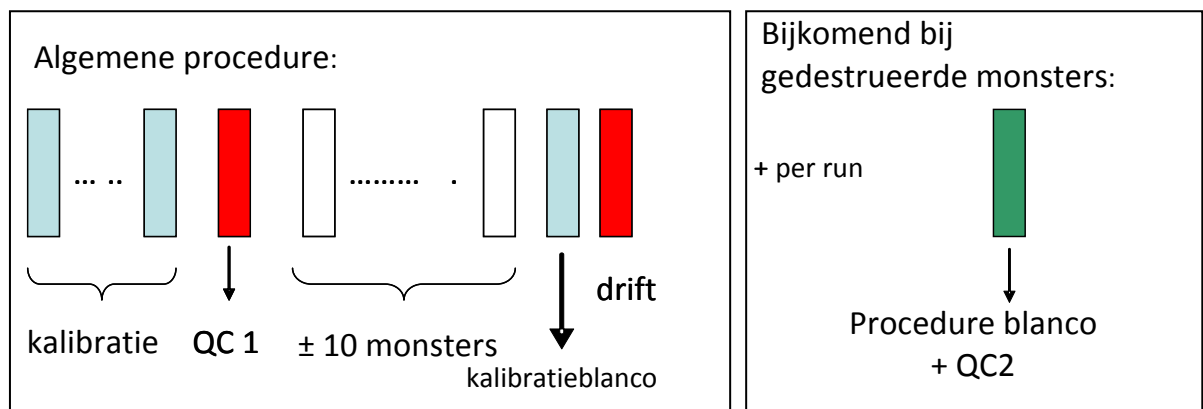
De methode zoals beschreven in ISO 17294-2:2003 is van toepassing mits volgende aanvullingen.

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 CMA/6/A en CMA/6/B
- § 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
 - Receptiënten moeten niet gespoeld worden met warm verdund salpeterzuur, de zuiverheid ervan wordt gecontroleerd en opgevolgd via analyse van blanco's.
- § 8 Monstername
 - De conservering en behandeling van monsters worden beschreven in CMA/1/B.
 - Laatste paragraaf: niet van toepassing
- § 9 Monstervoorbehandeling
 - § 9.1 Het al dan niet toepassen van een filtratie wordt geëvalueerd door een visuele controle.
 - Voor grondwater en eluaten dient geen ontsluiting te worden uitgevoerd. De analyses worden uitgevoerd op de gefiltreerde (0.45 µm) monsters. Enkel indien een neerslag wordt waargenomen, dient een ontsluiting te worden uitgevoerd conform CMA/2/I/A.6.1 of CMA/2/I/A.6.3.
 - Voor bodem, vaste en pasteuze afvalstoffen dient een destructie te worden uitgevoerd conform CMA/2/II/A.3.
 - Voor **materiafen** die als meststof/bodemverbeterend middel worden aangewend, dient de destructie te worden uitgevoerd conform **CMA/2/IV/6 met uitzondering van vloeibare monsters met een droge stofgehalte < 2%. Deze worden behandeld als een afvalwater en ontsloten conform WAC/III/B/002.**
 - Voor olie dient een destructie te worden uitgevoerd conform CMA/2/III/F.
- § 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;

Analysereeks van ± 10 monsters: dit is een indicatief aantal, de laboratoria moeten kunnen aantonen dat de frequentie van uitvoering van QA/QC zo gekozen is dat het voldoende kwaliteitsgaranties biedt;

Kalibratieblanco: deze blanco wordt gebruikt voor controle op mogelijke memory effecten; deze controle kan ook op een andere manier worden uitgevoerd;

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