

Elementen met inductief gekoppeld plasma atomaire-emissiespectrometrie (ICP-AES)

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/I/B.1 van november 2013.

De beschreven methode laat toe de elementen aluminium, antimoon, arseen, barium, beryllium, bismuth, boor, calcium, cadmium, chroom, fosfor, gallium, ijzer, indium, kalium, kobalt, koper, lithium, lood, magnesium, mangaan, molybdeen, natrium, nikkel, seleen, silicium, strontium, thallium, titaan, vanadium, tin, wolfram, zilver, zink, zirkonium en zwavel te bepalen met de inductief gekoppeld plasma atomaire-emissiespectrometrie analysetechniek. De beschreven analysemethode kan gebruikt worden voor het bepalen van bovenvermelde elementen in water (bijvoorbeeld grond-, drink-, oppervlakte- en afvalwater), uitlogingen, alsook in de ontsluitingsvloeistoffen.

De procedure zoals beschreven in ISO 11885:2007 is van toepassing mits volgende aanpassingen:

2 DEFINITIES

- Een beschrijving van de definities betreffende de prestatiekenmerken en meetonzekerheid wordt gegeven in CMA/6/A en CMA/6/B.
- Definities in §3 van ISO 11885:2007 norm zijn niet van toepassing

3 MONSTERBEWARING

- De conservering en behandeling van monsters wordt beschreven in CMA/1/B.
- §9.3 van ISO/DIS 11885 norm is niet van toepassing

4 MONSTERVOORBEHANDELING

- §9.5.2 van ISO/DIS 11885 norm is niet van toepassing
- §9.5.3 Voor de destructie wordt eveneens verwezen naar CMA/2/I/A.6.1 en CMA/2/I/A.6.3.
- 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 materialen 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.

5 INTERFERENTIES

Bijkomende duiding:

- Het meten van 2 analytische lijnen per element om spectrale interferenties op te sporen is noodzakelijk (tenzij technisch niet mogelijk) en de beoordeling hiervan dient als “expert judgement” te worden onderbouwd. Voor elk element wordt aangegeven welke de aanbevolen lijn is, alsook de alternatieve lijn(en) indien beschikbaar.
- **Minimaal wordt tijdens de validatie de interferentie van Fe op Cd onderzocht en wordt hiervoor een criterium vooropgesteld.**
- **Het opvolgen van niet spectrale interferenties door gebruik te maken van interne standaarden is noodzakelijk, tenzij het laboratorium over voldoende evidentie beschikt dat de matrix constant is en/of ondervangen wordt door de toegepaste methode (bv. standaard additie).**

6 APPARATUUR EN MATERIAAL

6.1 APPARATUUR

Hydridegeneratiesysteem (toevoegen)

Voor de bepaling van arseen, seleen en antimoon op laag niveau kan er overgestapt worden naar hydridegeneratie. As(III), Sb(III) en Se(IV) worden gereduceerd naar de gasvormige hydridevorm (AsH₃, SbH₃, SeH₂) met tetrahydroboraat in een zoutzuur medium. Deze hydrides worden door een argonstroom in het plasma geleid. Belangrijk bij deze techniek is dat de elementen enkel voorkomen in hun hierboven beschreven oxidatiegraad (pre-reductie). Voor de pre-reductie en de hydridegeneratie wordt verwezen naar WAC-procedure WAC/III/B/012.

7 PROCEDURE

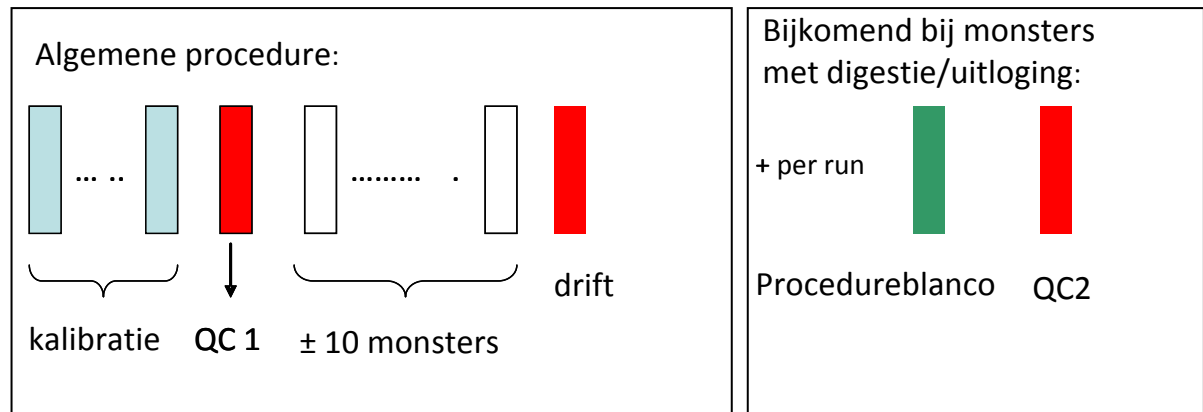
- §10.1: 2 (kalibratieblanco + standaard) of meerpunts-kalibratie wordt toegestaan
- ~~§10.2 tweede alinea: de analyse van interference check sample in elke meetreeks is niet verplicht.~~
- §10.3: correctie voor procedure blanco is facultatief. Controle en opvolgen van de waarde van procedureblanco is wel noodzakelijk.

In onderstaand schema wordt volgende verduidelijking van procedure geformuleerd:

- QC 1: onafhankelijk aangemaakte controle;
- Analysereeks van ± 20 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;
- Drift: kalibratiestandaard of onafhankelijke standaard (QC1), **minstens om de 20 monsters en de gemeten concentratie mag maximum 10% afwijken van de werkelijke waarde;**
- Bij monsters met een destructie/uitloging dient per reeks (run van een digestie/uitlogingstoestel) een procedureblanco en een QC monster (QC2) die beiden de hele procedure hebben doorlopen, mee geanalyseerd te worden.

Voor de kwaliteitscontroles QC1 en QC2 kan gebruik gemaakt worden van het controlemonster LCS zoals beschreven in §7 *Kwaliteitscontrole*.

Het ondervangen van mogelijke memory effecten dient bijkomend voorzien te worden.



~~De criteria voor de kwaliteitscontroles dienen binnen het laboratorium zodanig te worden gedefinieerd dat voldaan wordt aan de wettelijk vastgelegde prestatiekenmerken. Er dient naar gestreefd te worden dat de meetwaarde van QC1 binnen ±10% ligt van de werkelijke waarde.~~

8 KWALITEITSCONTROLE

De QA/QC richtlijnen zoals beschreven in ISO 11885 zijn niet van toepassing.

Volgende kwaliteitscontroles (en bijkomende criteria) dienen te worden uitgevoerd bij elke meetreeks (minstens 1x per dag) voor de analyse van eluaten (CMA/2/II/A.12 en CMA/2/IIA.9.1):

QA/QC oplossing	Definitie	Criterium
Procedureblanco	Procedureblanco	Minimum: $\geq -\frac{1}{2}$ wettelijke rapportagegrens of $\geq -\frac{1}{2}$ LOQ Maximum: $\leq \frac{1}{2}$ wettelijke rapportagegrens of $\leq \frac{1}{2}$ LOQ
LOQ	Bepalingsgrens (Limit of Quantification)	$6^* \text{ st. dev.} = \text{LOQ} \leq \text{wettelijke RG}$
LCS	Controlestaal (Laboratory Control Sample)	$\pm 20\%$ juiste waarde
Interne standaard	Interne standaard	70 -130 % terugvinding

Opmerking: De wettelijke rapportagegrenzen/LOQ_{max} zijn beschreven in Bijlage D van CMA/6/A *Prestatiekenmerken*.

Samenstelling van de controlemonsters (LOQ en LCS) voor de matrix eluaat (CMA/2/II/A.12 en CMA/2/IIA.9.1):

	LOQ eluaat	LCS eluaat
element	µg/l	µg/l

	LOQ eluaat	LCS eluaat
element	µg/l	µg/l
arseen	10	50
cadmium	1	5
chrom	10	50
koper	10	50
lood	10	50
nikkel	10	50
zink	10	50
antimoon	1	5
barium	10	50
molybdeen	10	50
seleen	2	10
element	mg/l	mg/l
NaCl	440	440
CaCl ₂	223	223
KCl	560	560
NaNO ₃	13,6	13,6
NaOAc	66,4	66,4

Opmerking: De beschreven gehalten voor de LOQ oplossing zijn maximale waarden.

9 REFERENTIES

- ISO 11885:2007 Water quality – Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES).
- K. Tirez, W. Brusten, F. Beutels, K. Duyssens, W. Wouters, C. Vanhoof, *Bepalen van elementen - ondervangen van niet-spectrale interferenties bij de analyse van eluaten*, VITO rapport 2016/SCT/R/776, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2016_Rapport_niet_spectrale_interferenties_finaal.pdf