Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024

http://www.emis.vito.be

Bepaling van de geselecteerde elementen met inductief gekoppeld plasma – atomaire emissiespectrometrie

Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024

http://www.emis.vito.be

1 TOEPASSINGSGEBIED

De beschreven methode laat toe de elementen aluminium, antimoon, arseen, barium, beryllium, bismuth, boor, calcium, cadmium, cerium, chroom, fosfor, gallium, ijzer, indium, kalium, kobalt, koper, lithium, lood, magnesium, mangaan, molybdeen, natrium, nikkel, seleen, silicium, strontium, tellurium, titaan, vanadium, tin, wolfraam, 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 van de vernoemde watermatrices.

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 WAC/I/B/001.
Definities in §3 van ISO 11885:2007 norm zijn niet van toepassing

3 MONSTERBEWARING

- Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- §9.2 Het toevoegen van HCl als stabilisator is optioneel. Daarnaast kan bij de bepaling van Sb, mits validatie, naast het toevoegen van HCl als stabilisator ook een andere stabilisator (bv. tartaarzuur, HF) worden gebruikt.
- §9.3 van ISO 11885 norm is niet van toepassing
- Toevoegen bij §9.4: voor de bepaling van het totaal gehalte van drinkwater dienen de monsters bij troebelheid gedestrueerd te worden.

4 MONSTERVOORBEHANDELING

- §9.5.2 van ISO 11885 norm is niet van toepassing
- §9.5.3 Voor de destructie wordt eveneens verwezen naar WAC/III/B/001 en WAC/III/B/002.

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.

Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024
http://www.emis.vito.be

- 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

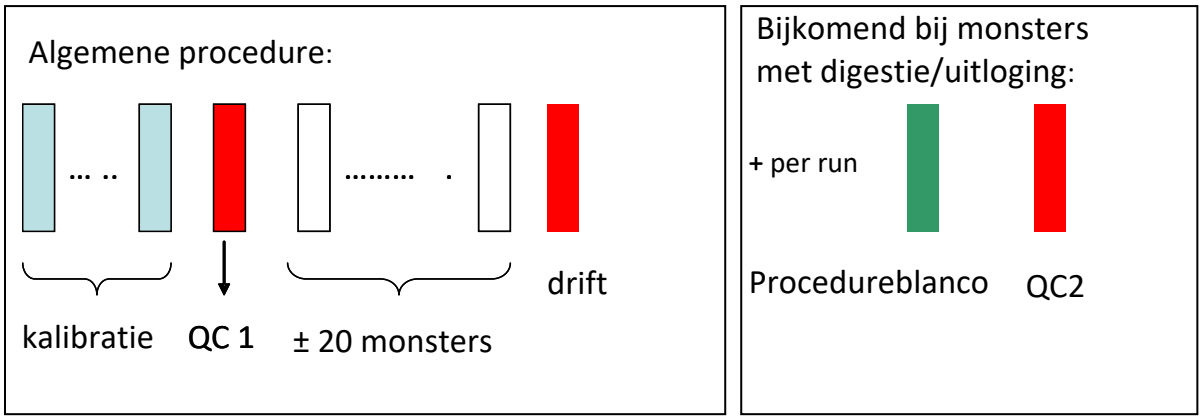
6.1 APPARATUUR

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 (AsH_3, SbH_3, SeH_2) 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
- §10.3: 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.

Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024
http://www.emis.vito.be

Voor de kwaliteitscontroles QC1 en QC2 kan gebruik gemaakt worden van het controlemonster LCS zoals beschreven in §8 *Kwaliteitscontrole.*

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

8 KWALITEITSCONTROLE

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

Volgende kwaliteitscontroles (en bijkomende criteria) worden bij elke meetreeks (minstens 1x per dag) uitgevoerd:

QA/QC oplossing	Definitie	Criterium
Procedureblanco	Procedureblanco	Minimum: ≥ -½ wettelijke rapportagegrens of ≥ - ½ LOQ Maximum: ≤ ½ wettelijke rapportagegrens of ≤ ½ LOQ
LOQ	Bepalingsgrens (Limit of Quantification)	6 x st. dev. = LOQ ≤ wettelijke RG (*) / controle gevoeligheid
LCS	Controlestaal (Laboratory Control Sample)	± 20 % juiste waarde
Interne standaard	Interne standaard	70 -130 % terugvinding

Opmerking: De wettelijke rapportagegrenzen/LOQ_{max} zijn beschreven in Bijlage B van WAC/VI/A/001 *Prestatiekenmerken*. (*) Het criterium "6 x st. dev. = LOQ ≤ wettelijke RG" moet bij de validatie en minimaal jaarlijks bij de evaluatie van de prestatiekenmerken worden aangetoond.

Samenstelling van de controlemonsters (LOQ en LCS) voor de matrices oppervlaktewater (OW), afvalwater (AW), grondwater (GW) en drinkwater (DW):

	LOQ AW	LOQ OW***	LOQ GW/DW	LCS AW	LCS OW	LCS GW/DW
element	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l
aluminium	100		10	300		30
antimoon	10	10	3	30	30	9
arseen	5	2,5	3	15	7,5	9
barium	10	10	10	30	30	30
beryllium	1	0,5		3	1,5	
boor	100	100	100	300	300	300
cadmium	0,8	0,4	0,75	2,4	1,2	2,25
cerium	10			30		
chroom	10	10	10	30	30	30
fosfor*	(300)	(50)		(900)	(150)	
ijzer	100		100	300		300
kobalt	0,6	0,3	0,3	1,8	0,9	0,9
koper	10	10	10	30	30	30
lood	10	10	3	30	30	9

Ministerieel besluit van 07 mei 2024 --- Belgisch Staatsblad van 08 oktober 2024

	LOQ AW	LOQ OW***	LOQ GW/DW	LCS AW	LCS OW	LCS GW/DW
element	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l
mangaan	10		10	30		30
molybdeen	10	10		30	30	
nikkel	10	10	10	30	30	30
seleen	5	3	3	15	9	9
tellurium	10	10		30	30	
thallium	1	0,5		3	1,5	
tin	10	10		30	30	
titanium	10	10		30	30	
uranium	0,5	0,3		1,5	0,9	
vanadium	5	2,5		15	7,5	
zilver	1	0,4		3	1,2	
zink	50	50	50	150	150	150
Element/matrix	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
calcium	200	100	100	200	100	100
chloride	100	50	50	100	50	50
fosfor*	(1)	(0,5)	(0,5)	(1)	(0,5)	(0,5)
zwavel	50	25	25	50	25	25
magnesium	20	10	10	20	10	10
natrium	50	25	25	50	25	25
kalium	10	5	5	10	5	5
koolstof**	20	10	10	20	10	10

*In de LOQ en LCS oplossing kan het element P facultatief worden toegevoegd als te bepalen element of als matrix element.

** Als koolstofbron voor de matrixoplossing kan natriumacetaat gebruikt worden.

***De gehaltes opgenomen in de tabel gelden voor de bepaling van de LOQ van het totaal gehalte van elementen. De bepaling van de LOQ van het opgelost gehalte van elementen kan worden uitgevoerd op minstens een 2.5 x verdunning hiervan (in eenzelfde matrixsamenstelling).

Opmerking: De beschreven gehaltes 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, F. Beutels, K. Duyssens, W. Brusten, W. Wouters, C. Vanhoof en G. Vanermen, *Vastleggen rapportagegrenzen voor afval-, grond- en oppervlaktewater in het kader van de erkenningen*, VITO rapport 2015/SCT/R/050, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2014_Rapport_rapportagegrenzen_finaal.pdf
- K. Tirez, F. Beutels, K. Duyssens, W. Brusten, C. Vanhoof, *Rapportagegrenzen voor afval-, grond- en oppervlaktewater in het kader van de erkenningen – innovatieve ICP-MS methodes*, VITO rapport 2015/SCT/R/0506, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2016_rapport_rapportagegrenzen_LNE.pdf

http://www.emis.vito.be