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

http://www.emis.vito.be

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

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

http://www.emis.vito.be

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, gadolinium, gallium, germanium, goud, hafnium, holmium, ijzer, indium, iridium, kalium, kobalt, koper, kwik, lanthanum, lithium, lood, lutetium, magnesium, mangaan, molybdeen, neodymium, natrium, nikkel, palladium, platinum, praseodynium, rubidium, rhenium, rhodium, ruthenium, samarium, scandium, seleen, strontium, terbium, tellurium, thorium, thallium, thulium, tin, titanium, uranium en zijn isotopen, vanadium, wolfraam, yttrium, ytterbium, zilver, zink en zirconium in water (bijvoorbeeld drinkwater, oppervlaktewater, grondwater en afvalwater).

Rekening houdend met de specifieke en bijkomende interferenties, kunnen deze elementen ook bepaald worden in de destructievloeistoffen van voornoemde 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 NBN EN ISO ISO 17294-2:2016 is van toepassing mits volgende aanvullingen.

2 AANVULLINGEN BIJ NBN EN ISO 17294-2:2016

- § 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 ^{206}Pb, ^{207}Pb en ^{208}Pb 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

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

- § 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. Minimaal uit te voeren procedures zijn:
    - Het analyseren van de synthetische controle oplossing (ICS) met de aanwezige interferenten (zie § 3).
    - De interferentie van Mo op Cd wordt onderzocht tijdens de validatie en hiervoor wordt een criterium vooropgesteld. Bij de analyse van afvalwater wordt het Mo gehalte opgevolgd.

    Bijkomend kunnen volgende werkwijzen worden gebruikt:
    - 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

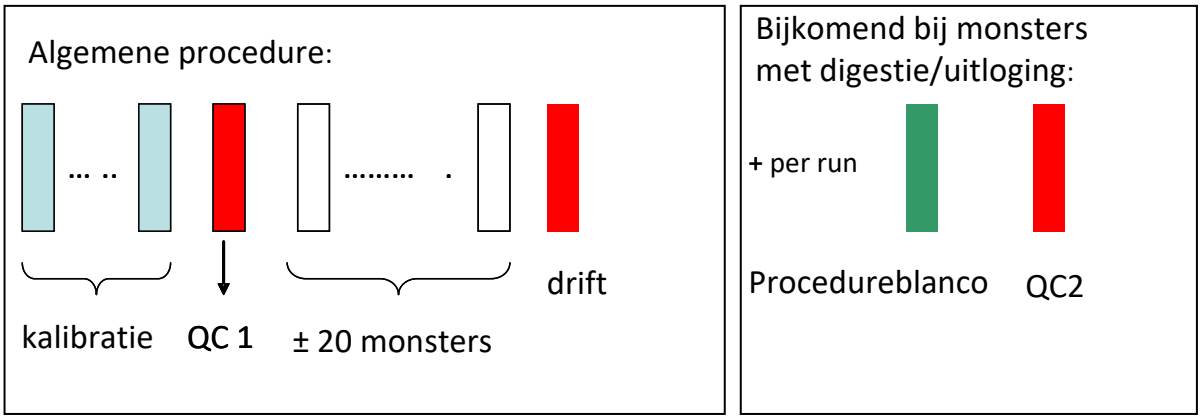
In onderstaand schema wordt volgende verduidelijking van procedure geformuleerd:

- 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 §3 *Kwaliteitscontrole*.

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

http://www.emis.vito.be



3 KWALITEITSCONTROLE

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
ICS	Interferentie controle oplossing (Interference Check Solution)	≤ wettelijke rapportagegrens of ≤ 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, ICS en LCS) voor de matrices oppervlaktewater (OW), afvalwater (AW), grondwater (GW) en drinkwater (DW):

	LOQ AW	LOQ OW***	LOQ GW/DW	ICS AW	ICS OW	ICS GW/DW	LCS AW	LCS OW	LCS GW/DW
element	µg/l	µg/l	µg/l	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

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

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

	LOQ AW	LOQ OW***	LOQ GW/DW	ICS AW	ICS OW	ICS GW/DW	LCS AW	LCS OW	LCS GW/DW
element	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l	µg/l
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
kwik	0,15	0,15	0,3				0,3	0,3	1
lood	10	10	3				30	30	9
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	mg/l	mg/l	mg/l
calcium	200	100	100	300	200	200	200	100	100
chloride	100	50	50	2000	750	750	100	50	50
fosfor*	(1)	(0,5)	(0,5)	100	5	5	(1)	(0,5)	(0,5)
zwavel	50	25	25	100	100	100	50	25	25
magnesium	20	10	10	100	50	50	20	10	10
natrium	50	25	25	250	100	100	50	25	25
kalium	10	5	5	100	50	50	10	5	5
Koolstof**	20	10	10	200	50	50	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 1: In de ICS oplossingen is het mogelijk dat sporen (contaminanten) van de te bepalen elementen aanwezig zijn. Deze dienen in rekening gebracht te worden voor de verdere evaluatie.

Opmerking 2: De beschreven gehaltes voor de LOQ oplossing zijn maximale waarden.

http://www.emis.vito.be

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

http://www.emis.vito.be

4 REFERENTIES

- ISO 17294-1 Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 1: General guidelines
- NBN EN ISO 17294-2:2016 Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 2: Determination of selected elements including uranium isotopes (ISO 17294-2:2016)
- 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://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/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://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2016_rapport_rapportagegrenzen_LNE.pdf