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

http://www.emis.vito.be

Bepaling van kwik

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

http://www.emis.vito.be

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bepaling van kwik in drink-, oppervlakte-, grond-, regen- en afvalwater.
Deze procedure beschrijft 2 normmethoden voor de bepaling van Hg:

- NBN EN ISO 12846:2012 Water quality – Determination of mercury – Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment.
- NBN EN ISO 17852:2008 Water quality - Determination of mercury – Method using atomic fluorescence spectrometry (AFS)

De Internationale standaard NBN EN ISO 12846:2012 is een state of the art revisie van bestaande standaarden voor de bepaling van Hg met AAS met en zonder aanrijkingsstap, waarbij de voordelen van beide methoden werden gecombineerd te samen met nieuwe ontwikkeling en technieken. De volgende methoden werden opgenomen:

- Methoden zonder aanrijking:
  - ISO 5666:1999 Water quality – Determination of mercury
  - EN 1483:2007 Water quality – Determination of mercury
- Methoden met aanrijking:
  - ISO 16590:2000 Water quality – Determination of mercury after enrichment by amalgamation
  - EN 12338:1998 Water quality – Determination of mercury after enrichment by amalgamation

2 NBN EN ISO 12846:2012

Deze standaard beschrijft 2 methoden voor de bepaling van Hg in drink-, oppervlakte-, grond-, regen- en afvalwater met atomaire absorptie spectrometrie. Paragraaf 6 van deze norm beschrijft de methode met aanrijkingsstap door amalgamatie van Hg op bv. een Au/Pt adsorber. Paragraaf 7 beschrijft de methode zonder aanrijking en wordt routinematig toegepast.

De methode met aanrijking heeft gewoonlijk een praktisch werkgebied van 0.01 µg/l tot 1 µg/l.
De methode zonder aanrijking heeft gewoonlijk een praktisch werkgebied vanaf 0.05 µg/l.

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 12846:2012 is van toepassing mits volgende aanvullingen/aanpassingen:

- § 3 Verdere duiding ivm ontsluitingsmethoden wordt beschreven in WAC/III/B.
- § 5 Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- § 5 Veld blanco's zijn optioneel, indien deze niet opgelegd zijn in de bemonsteringsprocedure.
- § 6.4 en 7.6 Toevoegen van hydroxylamine is enkel van toepassing bij gebruik van bromaat/bromide reagens.
- § 6.1 en 7.1 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- § 7.4 Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- § 7.4 Verdere duiding ivm ontsluitingsmethoden wordt beschreven in WAC/III/B.

- § 7.4 Veld blanco's zijn optioneel, indien deze niet opgelegd zijn in de bemonsteringsprocedure.
- ~~§ 8 Bij het afronden van de meetwaarden dient rekening gehouden te worden met de meetonzekerheid.~~

3 NBN EN ISO 17852:2008

Deze standaard beschrijft een methode voor de bepaling van Hg in drink-, oppervlakte-, grond-, regen- en afvalwater met atomaire fluorescentie spectrometrie.

Het potentiële lineaire bereik van de methode is ongeveer van 1 ng/l tot 100 µg/l. In praktijk overspant het werkgebied echter een concentratiebereik van 10 ng/l tot 10 µg/l.

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 17852:2008 is van toepassing mits volgende aanvullingen/aanpassingen:

- § 3 Verdere duiding ivm ontsluitingsmethoden wordt beschreven in WAC/III/B.
- § 3 De methode mag ook toegepast worden gebruikmakend van een aanrijkingsstap door amalgamatie van Hg op bv. een Au/Pt adsorber.
- § 5 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.
- § 7 Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- § 7 Verdere duiding ivm ontsluitingsmethoden wordt beschreven in WAC/III/B.
- § 7 Veld blanco's zijn optioneel, indien deze niet opgelegd zijn in de bemonsteringsprocedure.
- § 9.1 Toevoegen van ascorbinezuur is enkel van toepassing bij gebruik van bromaat/bromide reagens.
- § 9.1 Veld blanco's zijn optioneel, indien deze niet opgelegd zijn in de bemonsteringsprocedure.
- ~~§ 9.3 Bij het afronden van de meetwaarden dient rekening gehouden te worden met de meetonzekerheid.~~

4 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
LOQ	Bepalingsgrens (Limit of Quantification)	6 x st. dev. = LOQ ≤ wettelijke RG (*) / controle gevoeligheid
LCS	Controlestaal (Laboratory Control Sample)	± 20 % juiste waarde

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

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**
kwik	0,15	0,15	0,3	0,3	0,3	1
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

* Als koolstofbron voor de matrixoplossing kan natriumacetaat gebruikt worden.

**Het gehalte opgenomen in de tabel geldt voor de bepaling van de LOQ van het totaal gehalte van Hg. De bepaling van de LOQ van het opgelost gehalte van Hg 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.

5 REFERENTIES

- NBN EN ISO 12846:2012 Water quality – Determination of mercury – Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment (ISO 12846:2012).
- NBN EN ISO 17852:2008 Water quality - Determination of mercury – Method using atomic fluorescence spectrometry (AFS) (ISO 17852:2006)
- ISO 5666:1999 Water quality – Determination of mercury (vervallen norm)
- EN 1483:2007 Water quality – Determination of mercury (vervallen norm)
- ISO 16590:2000 Water quality – Determination of mercury after enrichment by amalgamation (vervallen norm)
- EN 12338:1998 Water quality – Determination of mercury after enrichment by amalgamation (vervallen norm)

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