

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

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/I/B.5 van november 2016.

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, gadolnium, 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).

Rekening houdend 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 **NBN EN ISO 17294-2:2016** is van toepassing mits volgende aanvullingen.

2 AANVULLINGEN BIJ NBN EN ISO 17294-2:2016

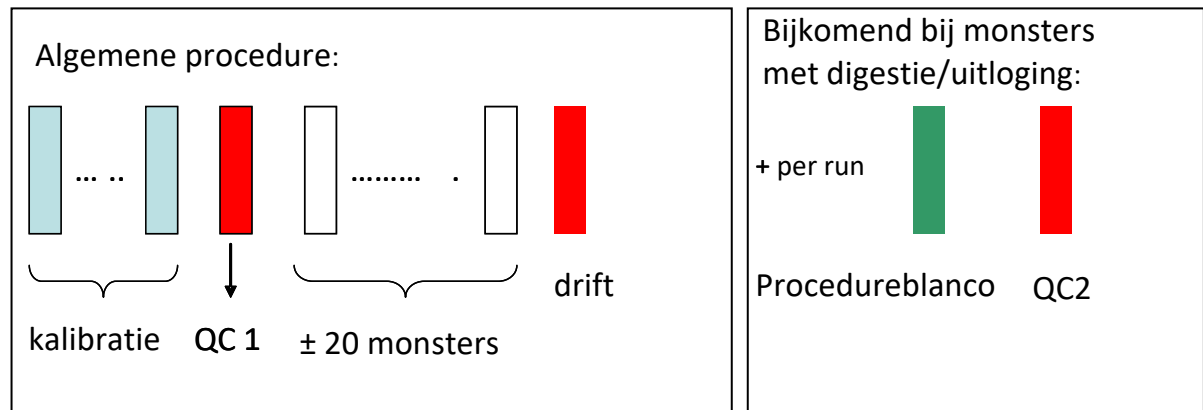
- § 1 Toepassingsgebied:
Tabel 1: De weergegeven bepalingsgrenzen zijn indicatief.
Omwille van de variabiliteit in isotopische samenstelling van Pb in de natuur, dienen de signaal intensiteiten van ²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb en ²⁰⁸Pb gesommeerd te worden.
- § 3.1 Termen en definities
Niet van toepassing
Voor een beschrijving 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, optimalisatie-oplossingen 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 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.
 - § 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.



3 KWALITEITSCONTROLE

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
ICS	Interferentie controle oplossing (Interference Check Solution)	\leq wettelijke rapportagegrens of \leq LOQ
LOQ	Bepalingsgrens (Limit of Quantification)	6^* st. dev. = LOQ \leq 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 D van CMA/6/A *Prestatiekenmerken*. (*) Het criterium " $6 \times \text{st. dev.} = \text{LOQ} \leq \text{wettelijke RG}$ " 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 matrix eluaat (CMA/2/II/A.12 en CMA/2/II/A.9.1 en CMA/2/II/A.19):

	LOQ eluaat	ICS eluaat	LCS eluaat
element	µg/l	µg/l	µg/l
arseen	10		50
cadmium	1		5
chroom	10		50
koper	10		50
kwik	0,2		1
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	mg/l
NaCl	440	4400	440
CaCl ₂	223	2230	223
KCl	560	5600	560
NaNO ₃	13,6	136	13,6
NaOAc	66,4	664	66,4

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 gehalten voor de LOQ oplossing zijn maximale waarden.

4 REFERENTIES

- NBN EN ISO 17294-1:2006 Water quality – Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) – Part 1: General guidelines (ISO 17294-1:2004)
- 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, 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