

RIJKSINSTITUUT VOOR VOLKSGEZONDHEID EN MILIEUHYGIENE
BILTHOVEN

Rapport nr.: 502501002

OPERATIONALISERING EN
PRESTATIEKENMERKEN VAN EEN SPECTRO P
ICP-AES OPSTELLING VOOR DE ANALYSE VAN
GROND- EN DRINKWATER

J.L.M. de Boer, S. Piso

juli, 1993

Dit onderzoek is uitgevoerd in opdracht en ten laste van de Directie van het Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieuhygiene in het kader van projectnr. 502501 "Analytisch-chemische meetmethoden".

VERZENDLIJST

1	Directie Rijkinstituut voor Volksgezondheid en Milieuhygiëne
2	Dr. H.A. van 't Klooster
3	Dr. R.W. Stephany
4	Dr. H.A.M.G. Vaessen
5	Drs P.Lagas
6	Dr. H.F.R. Reijnders
7	Drs. E. Buijsman
8	Ir. H.J. Van de Wiel
9	Dr. Ir. R.F.M.J. Cleven
10	Dr. Th. G. Aalbers
11 - 12	Auteurs
13	Hoofd Bureau Voorlichting en Public relations
14	Bureau Projecten en Rapportenregistratie
15	Bibliotheek RIVM
16	Depot van Nederlandse publikaties en Nederlandse bibliografie
17 t/m 26	Reserve-exemplaren

INHOUDSOPGAVE

	<u>Blz.</u>
Verzendlijst	ii
Inhoudsopgave	iii
Summary	iv
Samenvatting	v
1. Inleiding	1
2. Experimenteel	2
2.1 Beschrijving van de apparatuur	2
2.2 Meetcondities	3
2.3 Experimenten	3
3. Resultaten en discussie	4
3.1 Spectraal onderzoek	4
3.2 Meetbereik	4
3.3 Onderste analysegrenzen	5
3.4 Precisie en Stabiliteit	6
3.5 Matrixeffecten / recovery-experimenten	7
3.6 Vergelijkende metingen	7
4. Conclusies	9
5. Literatuur	10

SUMMARY

This report deals with the operationalization of a Spectro P ICP-AES instrument for the analysis of groundwater and drinking water. Choices were made for the settings of the various instrumental parameters. Performance characteristics were established and compared with the specifications supplied.

The instrument met the suppliers specifications with respect to detection limits, stability and precision.

A comparative investigation with the formerly used equipment showed no significant or relevant differences in the results.

SAMENVATTING

Dit rapport beschrijft de ingebruikname van een Spectro P ICP-AES instrument voor de analyse van grond- en drinkwater. Er werden keuzes gemaakt voor de instelling van de instrumentele parameters. Vervolgens werden de prestatiekenmerken vastgesteld, waarbij tevens werd nagegaan of de apparatuur voldeed aan de opgegeven specificaties.

Na afloop van het onderzoek kon worden geconcludeerd dat de apparatuur voldeed aan de specificaties van de fabrikant op het punt van onderste analysegrenzen, stabiliteit en precisie. Een vergelijkend onderzoek met de voorheen gebruikte apparatuur toonde aan dat geen significante danwel relevante verschillen optraden in de resultaten.

1. INLEIDING

Dit rapport beschrijft de operationalisering en de prestatiekenmerken van een Spectro ICP-AES opstelling model Spectroflame-ICP P, ten behoeve van de analyse van grond- en drinkwater. Deze opstelling is aangeschaft in 1990 als vervanging twee andere apparaten te weten een Perkin-Elmer PE 6000 ICP en een Varian AA-6 atomaire absorptiespectrometer. Ook metingen uitgevoerd op een Perkin PE 2100 vlam-atomaire absorptiespectrometer werden overgeplaatst op de nieuwe apparatuur.

Reden van vervanging was de tijdswinst die geboekt kon worden met de Spectro ICP-AES opstelling (verder genoemd de Spectro). De PE 6000 ICP was een sequentieel apparaat, wat inhoudt dat elementen na elkaar gemeten moeten worden. De Varian AA-6, in gebruik voor de bepaling van K in grond- en drinkwater was een apparaat zonder data-verwerkingssysteem (uitlezing op een recorder) en ook niet voorzien van een monsterwisselaar.

De Spectro-ICP is een simultaan systeem voorzien van polychromatoren, zodat elementen simultaan gemeten kunnen worden. Tevens is de Spectro voorzien van een monochromator, waarmee elementen of lijnen gemeten kunnen worden die niet in de polychromatoren aanwezig zijn. Simultaan meten van de elementen resulteert in een veel kortere meettijd per monster, zeker als een groot aantal elementen gemeten moet worden. Daarnaast kan de Spectro automatisch ('s nachts) uitgeschakeld worden wanneer de metingen beëindigd zijn, welke optie niet aanwezig was op de PE 6000.

In dit rapport worden resultaten beschreven van de experimenten uitgevoerd tijdens de methode-ontwikkeling en resultaten verkregen tijdens routinegebruik van het apparaat. De methode-ontwikkeling resulteerde in het opstellen van een aantal 'Standard Operating Procedures' (SOP's) te weten een SOP die de bediening van de apparatuur beschrijft [1], een algemene methode-SOP [2] en een specifieke methode-SOP, die de bepaling van een aantal elementen beschrijft in grond- en drinkwater [3]. Daarnaast werd een SOP opgesteld die het (gebruik van het) rekenprogramma 'specrek' beschrijft [4]. Met dit programma worden de data van de Spectro verwerkt en klaargemaakt voor invoer in het 'Laboratorium Information Management System' (LIMS). Door middel van 'specrek' worden de data gecorrigeerd voor drift tussen twee kalibraties, waarbij in de output van 'specrek' wordt aangegeven hoeveel de kalibratie verlopen was. Tevens worden verdunningen van monsters verwerkt, worden recovery's berekend van addities van standaarden aan monsters en wordt de mogelijkheid geboden controles uit te voeren voor de lineariteit van de kalibratielijn en van de gebruikte verdunningsapparatuur.

Voor de analyse van grond- en drinkwater zijn prestatiekenmerken voor de volgende elementen onderzocht: Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Si, Sr en Zn.

2. EXPERIMENTEEL

2.1 Beschrijving van de apparatuur

De Spectro is voorzien van een standaard kwarts toorts uit één stuk (fabrikaat Spectro), een concentrische verstuiver (type Meinhart) en een Scott-type double-pass glazen verstuiverkamer. De generator is van het 27.12 MHz type (crystal controlled) met een maximum vermogen van 2,5 kW. Het spectrometergedeelte bestaat uit 5 aparte optieken (5 spectrometers) die boven elkaar zijn geplaatst. De bovenste optiek is een vacuum-polychromator die licht direct ontvangt van het plasma. De lichtvoorziening van de overige optieken geschiedt door middel van lichtgeleiders (glass fibres). Met de vacuumpolychromator kunnen lijnen gemeten worden met golflengtes lager dan 200 nm. Tussen het plasma en de vacuum-polychromator is een glazen buis geplaatst die met argon wordt gespoeld om absorptie van licht te voorkomen. De volgende drie optieken zijn polychromatoren met vaste lijnen en het onderste optiek is een scannende monochromator van het direct-peaking type, zodat geen peak search routine noodzakelijk is voor de golflengteselectie. Een overzicht van de optieken met verdere relevante informatie wordt gegeven in Tabel 1.

Tabel 1. Specificaties van de optieken.

Optiek nr.	Type	Aantal lijnen rooster	Bereik (nm)	Resolutie (pm)	Lijnen (nm)
1	Vacuum-poly	3600	165-210	12	Al 167.080 Sn 189.989 P 178.287 S 180.731
2	Polychrom.	3600	200-410	12	Zn 213.856 Fe 259.940 Al 396.152 Cd 226.502 Mg 279.079 Cu 324.754
3	Polychrom.	3600	200-410	12	Pb 220.354 Cr 267.716 Ni 231.604 Ca 317.933 Mn 257.610 Sc 361.384
4	Polychrom.	1800	200-800	24	Sr 407.771 Na 589.592 Ar 430.010 Sr 766.490 Ba 455.403
5	Monochrom.	2400	200-480*	20	

* In de praktijk vanaf 203 nm

2.2 Meetcondities

De meetcondities voor alle experimenten waren de volgende:

Power	1100 W
Kijkhoogte	±12 mm boven de spoel
Plasmagasflow	12 - 14 l/min (stand 50 onderkant bolletje flowmeter)
Hulpgasflow	0,5 - 1,0 l/min (stand 35 onderkant bolletje flowmeter)
Meettijd 'op de lijn'	polychromatoren 3 replicates van 5 s, monochromator 3 x 3 s
Meettijd background	3 x 5 s, resp. 3 x 3 s
Spoeltijd 'wash'	5 s
Spoeltijd monster	85 s

De verstuivergasflow (ca. 1 l/min) werd dusdanig afgeregeld dat een minimale 'Background Equivalent Concentration' (BEC, de concentratie die overeenkomt met het signaal van de ondergrond) voor mangaan werd verkregen.

2.3 Experimenten

Het onderzoek omvatte de volgende onderwerpen:

- spectraal onderzoek. Spectrale scans van de gebruikte lijnen. Keuze positie ondergrondmeting. Meting mono-elementstandaarden ter controle van spectrale storingen.
- keuze standaarden op grond van gewenst en mogelijk bereik. Vaststellen van meetbereik (lineariteit).
- vaststellen van onderste analysegrenzen (o.a.g.). Vergelijking met opgave fabrikant. Vaststellen van theoretische onderste analysegrenzen op grond van BEC-waardes.
- vaststellen van precisie.
- vaststellen van stabiliteit.
- vaststellen van recovery's van addities van standaarden cq. matrixeffecten.
- vergelijkende metingen. Vergelijking van resultaten voor een serie monsters verkregen met de PE 6000 en de Varian AA-6 met die verkregen met de Spectro.

Voor alle experimenten werd aluminium gemeten op de monochromator met de 396,152 nm lijn vanwege een betere resolutie en lagere o.a.g. in vergelijking met polychromator.

3. RESULTATEN EN DISCUSSIE

3.1 Spectraal onderzoek

De spectrale scans van de gebruikte spectraallijnen met behulp van mono-elementstandaarden vertoonden geen speciale kenmerken anders dan de lijn van het te bepalen element. Op grond van deze scans werd voor alle elementen dezelfde positie voor de meting van de ondergrond gekozen, te weten 25 stappen links. Voor aluminium op de monochromator (396,152 nm) werd de ondergrond gemeten op 0,042 nm links van de spectraallijn.

Meting van mono-elementstandaarden op een niveau van 100 tot 1000 mg/l gaf aan dat deze elementen onderling geen significante spectrale storingen veroorzaakten in het toegepaste concentratiebereik. Wel bleek dat de calcium-standaard verontreinigd was met strontium, zodat calcium en strontium in aparte standaardreeksen moest worden geplaatst (zie 3.2). Meting van standaarden van B, S, Cs en La (100 - 333 mg/l) gaf aan dat ook deze elementen geen spectrale storingen veroorzaakten op de te gebruiken spectraallijnen.

3.2 Meetbereik

Het lineaire meetbereik van ICP-AES is begrenst om twee redenen: alineariteit van de "mono-element"-kalibratielijns zelf en matrix-effecten die optreden in multi-elementstandaarden.

In totaal worden bij de kalibratie van de Spectro 4 standaarden (S1 t/m S4) en een blankostandaard gebruikt met onderling gelijke concentratieverschillen (S4 heeft bijvoorbeeld een twee keer zo hoge concentratie van de elementen als S2). Daarnaast worden twee standaardreeksen gebruikt waarvan de A-reeks de elementen Al, Mg, Ca, K en Na bevat en de B-reeks de elementen Fe, Si, Zn, Mn, Ba en Sr met daaraan toegevoegd Mg (als matrix) op het niveau van de gelijkwaardige standaard van de A-reeks.

De concentraties van de elementen in de hoogste standaarden zijn als volgt [3]:

S4a	Al	185.3	µmol/l	S4b	Fe	358.1	µmol/l
	Mg	2.057	mmol/l		Si	0.712	mmol/l
	Ca	2.495	mmol/l		Zn	15.29	µmol/l
	K	1.279	mmol/l		Mn	91.01	µmol/l
	Na	8.699	mmol/l		Ba	7.282	µmol/l
					Sr	22.826	µmol/l
					Mg	2.057	mmol/l

De reden voor het in aparte reeksen plaatsen van Ca en Sr is genoemd in 3.1. Daarnaast worden Na en Si apart geplaatst omdat de Si-stockoplossing Na bevat (natriumsilicaat). Kalibratie vindt in de praktijk plaats met S0 en S3, dus met de standaard op 3/4 van het meetbereik. De kromming van de kalibratielijns wordt in iedere meetreeks gecontroleerd door meten van S1 en S4 en de gemeten concentraties te vergelijken met de nominale concentraties. De afwijkingen mogen niet meer zijn dan 5% [2].

Hieronder zijn de gemiddelde krommingen aangegeven, bepaald uit de resultaten van 7 meetreeksen van grond- en drinkwater uit de periode juni - juli '93.

GEMIDDELDE KROMMING KALIBRATIELIJNEN SPECTRO METHODE GRDR (n = 7)

	$(S4(\%) / S1(\%)) \times 100\%$										
	Al	Mg	Ca	K	Na	Fe	Si	Zn	Mn	Ba	Sr
Gemiddelde	99.61	100.23	99.26	101.93	99.41	98.40	99.93	99.61	98.34	99.53	99.09
s.d.	0.80	0.58	0.41	0.88	0.44	0.32	0.30	0.95	0.37	0.11	0.37

Voor alle elementen is de kromming verwaarloosbaar. Opvallend is dat voor K een opwaartse kromming aanwezig is ('holle' kalibratielijns). Kennelijk ondervindt dit element een positief matrixeffect: een verhoging van het signaal ten gevolge van de matrix.

3.3 Onderste analysegrenzen

De onderste analysegrens voor een bepaald element is gedefinieerd als de concentratie die overeenkomt met $3x$ de standaarddeviatie van de blanco met inbegrip van de variabiliteit van de kalibratielijns.

De o.a.g.'s zijn op een aantal dagen bepaald om een indruk te krijgen van de variabiliteit van de grenzen. De bepaling geschiedde aan de hand van de meting van 24 - 30 blanco's, waarbij vóór en na iedere 8 metingen een kalibratie plaatsvond. De verwerking van de resultaten vond plaats met het programma 'specrek' [4].

Op grond van de BEC's van de elementen werden theoretische o.a.g.'s berekend als volgt: $\text{o.a.g.}_{\text{theor.}} = 3 \times 0,01 \times \text{BEC}$, aannemende dat de ruis 1% van de ondergrond bedraagt. In de praktijk kan de ruis iets kleiner zijn.

In Tabel 2 wordt een overzicht van de o.a.g.'s gegeven en vergeleken met de opgave van de fabrikant.

In het algemeen komen de gemeten onderste analysegrenzen goed overeen met de theoretische grenzen en/of de opgave van Spectro. In een aantal gevallen kon geen vergelijking met de opgave van Spectro worden gemaakt omdat een andere spectraallijn was gebruikt (aangegeven met "-"). Afwijkingen kunnen worden geweten aan memory van hoge concentraties bij de kalibratie (met name voor Fe) en aan het feit dat aparte blanco's zijn gemeten (in aparte monsterbuizen), zodat (variabele) contaminatie een rol kan spelen. Opvallend is de lagere onderste analysegrens voor K in vergelijking met de theoretisch haalbare onderste analysegrens. Kennelijk is de ruis van de ondergrond minder dan 1% voor dit element.

Tabel 2. Onderste analysegrenzen (3s blanco) bepaald op verschillende tijdstippen, BEC-waardes en theoretische onderste analysegrenzen, opgave Spectro, en rapportage-onderste analysegrenzen (LIMS). Alles in $\mu\text{mol/l}$.

	Al	Ba	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Si	Sr	Zn
O.a.g. 91-05-31	0,4	0,005	0,3	0,14	0,7	1,2	0,04	2,4	0,3	0,008	0,05
O.a.g. 92-06-24 ¹⁾	0,3	0,005	0,1	0,16	0,8	0,9	0,03	2,0	0,4	0,009	0,09
O.a.g. 92-09-09	0,4	0,005	0,2	0,16	0,9	1,0	0,04	1,7	0,3	0,01	0,08
O.a.g.theor.	0,3	0,003	0,15	0,03	1,2	0,7	0,006	0,5	0,13	0,0014	0,026
BEC 92-09-09	11	0,08	4,9	1,02	40	22	0,20	16	4,5	0,05	0,85
O.a.g. Spectro	-	0,004	-	0,05	1,9	-	0,02	1,0	0,5	0,007	0,05
O.a.g. rapportage	0,5	0,005	0,3	0,2	1,0	2,0	0,04	3	1	0,01	0,1

¹⁾ BEC-waarde Mn 0,21 $\mu\text{mol/l}$

3.4 Precisie en Stabiliteit

In het algemeen wordt onder precisie verstaan de herhaalbaarheid van de metingen over een korte meetperiode, waarin drift nauwelijks een rol speelt. Dit komt in feite overeen met de korte-termijn-stabiliteit. Over een langere periode gaat in het algemeen drift meer een rol spelen ("lange-termijn-stabiliteit"). Aan de lange-termijn-stabiliteit (verloop van de kalibratie) worden in de SOP [2] eisen gesteld. Deze eisen zijn: de drift tussen twee kalibraties (kalibratie om de acht monsters, tijdsduur 33 min) mag niet meer zijn dan 5%; de drift voor een gehele meetreeks mag niet meer zijn dan 20%. In de praktijk worden deze grenzen zelden overschreden. Na correctie voor drift door middel van het rekenprogramma 'specrek' kan een 'lange-termijn-precisie' worden berekend.

Deze precisie werd bepaald als de relatieve standaarddeviatie van 24 metingen van Standaard 3b (S3b). Voorafgaand en na iedere 8 metingen werd gekalibreerd. De totale duur van de metingen was 140 min. De (nominale) concentraties (in $\mu\text{mol/l}$) van de elementen in deze standaard en de rsd's waren als volgt:

	Ba	Fe	Mg	Mn	Na	Si	Sr	Zn
Concentratie	5,459	268,8	1543,2	68,13	3474,9	533,8	17,123	11,47
Rsd (%)	0,26	0,21	0,38	0,31	0,31	0,23	0,23	0,50

Zoals uit de resultaten blijkt is het mogelijk met behulp van het rekenprogramma 'specrek' om ook over een langere periode een zeer goede precisie te bereiken.

3.5 Matrixeffecten / recovery-experimenten

Matrix-effecten werden bepaald aan de hand van recovery-experimenten. Deze experimenten werden als volgt uitgevoerd. Eén portie monster werd 1+ 1 verdund met Standaard 0; een tweede portie werd 1+ 1 verdund met Standaard 3. Voor beide gevallen werd de recovery berekend: voor de verdunning met S0 voor de reeds aanwezige hoeveelheid element en voor de additie met S3 voor de toegevoegde hoeveelheid element.

De gemiddelde recovery's en de standaard deviatie voor 14 addities van S3 waren als volgt:

	Al	Ba	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Si	Sr	Zn
Recovery (%)	100,3	100,2	99,7	100,1	99,4	100,4	100,2	99,6	100,5	100,1	100,7
stand. dev.	0,6	0,4	1,1	0,7	0,3	0,4	0,6	0,3	0,4	0,4	0,7

De gemiddelde recovery's in de praktijk in de periode jan. - juni '93 (11-22 metingen) waren als volgt:

	Al	Ba	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Si	Sr	Zn
Recovery A0 (%)	99.6	100.3	100.8	101.0	99.4	100.4	100.2	99.9	99.9	100.8	100.0
stand. dev.	1.3	0.8	1.0	0.6	2.0	0.8	1.7	0.9	0.5	0.9	3.0
Recovery A3 (%)	100.1	99.7	99.3	100.1	99.7	99.9	100.2	100.1	100.3	100.1	100.6
stand. dev.	1.0	1.0	1.2	1.0	1.0	0.9	1.1	1.1	1.2	1.0	1.4

Zoals blijkt wijkt in alle gevallen de recovery zeer weinig van 100% af, zodat gesproken kan worden van de afwezigheid van matrixeffecten voor de onderzochte gevallen.

3.6 Vergelijkende metingen

Vergelijkende metingen werden uitgevoerd in twee series. In de eerste serie werden de resultaten van de analyses van 118 grondwatermonsters verkregen met de Varian AA-6 (K) en met de PE 6000 (overige elementen) vergeleken met de resultaten verkregen met de Spectro. In de tweede serie werden de resultaten van de analyses van 69 monsters drinkwater vergeleken. De vergelijking werd uitgevoerd met behulp van lineaire regressie, waarbij de referentiemethode op de x-as werd geplaatst. De resultaten van de regressieberekeningen zijn vermeld in de Tabellen 3 en 4.

Tabel 3. Vergelijking door middel van lineaire regressie van resultaten verkregen voor 118 monsters grondwater met de Varian AA-6 (K) en PE 6000 (overige elementen) (x-methode) met resultaten verkregen met de Spectro (y-methode). Voor de asafsnede is de eenheid aangegeven.

	Al	Ba	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	Sr	Zn
Asafsnede	0,759	0,008	0,008	0,950	-0,000	0,001	0,068	-0,004	0,009	0,018
	$\mu\text{mol/l}$	$\mu\text{mol/l}$	mmol/l	$\mu\text{mol/l}$	mmol/l	mmol/l	$\mu\text{mol/l}$	mmol/l	$\mu\text{mol/l}$	$\mu\text{mol/l}$
Helling	1,003	0,992	1,002	0,979	0,978	1,020	0,992	0,992	0,997	0,984
(Cor.coëf.) ²	0,998	0,999	0,999	0,999	1,000	1,000	1,000	1,000	0,999	1,000

Tabel 4. Vergelijking door middel van lineaire regressie van resultaten verkregen voor 69 monsters drinkwater met de Varian AA-6 (K) en PE 6000 (overige elementen) (x-methode) met resultaten verkregen met de Spectro (y-methode). Voor eenheid asafsnede zie Tabel 3.

	Ca	Fe	K	Mg	Mg*	Mn	Na	Si
Asafsnede	0,020	0,044	-0,001	-0,001	0,001	0,008	0,006	0,003
Helling	0,996	1,025	0,988	1,034	1,0256	1,002	0,980	0,976
(Cor.coëf.) ²	0,999	0,978	0,997	0,999	0,999	0,987	1,000	0,999

* Alleen onverdund gemeten monsters (Spectro)

Over het algemeen zijn de verschillen zéér gering: de asafsnedes zijn vrijwel gelijk aan nul en de hellingen zijn vrijwel gelijk aan 1. De verschillen die aanwezig zijn, zijn verwaarloosbaar. De asafsnede voor Al voor grondwater kan verklaard worden door het feit dat de PE 6000 een slechtere resolutie heeft dan de Spectro. Dit geeft overcompensatie voor de spectrale storing van een nabijgelegen (sterke) Ca-lijn ("holle" ondergrond), hetgeen resulteert in negatieve resultaten voor lage Al-concentraties voor de PE 6000. Met de Spectro worden in dat geval resultaten gevonden die spreiden rond de nul.

Voor Fe in grondwater worden de afwijkingen vooral veroorzaakt doordat hogere resultaten worden gevonden met de PE 6000 voor hogere Fe-concentraties (boven de 175 $\mu\text{mol/l}$). Onder deze concentratie liggen de resultaten goed op de 45°-regressielijn. Een verklaring hiervoor is niet voorhanden. Voor Fe in drinkwater wordt juist een helling gevonden groter dan 1. In dit geval is de concentratie-range echter veel geringer (tot 3 $\mu\text{mol/l}$).

Tenslotte kunnen verschillen worden verklaard door het feit dat op verschillende manieren werd gekalibreerd. Voor de PE 6000 werd een 'geknikte' kalibratielijn gebruikt met de knik op de helft van het concentratiebereik (S0, S1 en S2) in verband met een geringe kromming van de kalibratielijn. Voor de Spectro werd een lineaire lijn gebruikt door S0 en de standaard op 3/4 van het concentratiebereik.

4. CONCLUSIES

Na afloop van het methode-ontwikkelingsonderzoek kon worden geconcludeerd dat de apparatuur voldeed aan de verwachtingen:

- de gebruikte spectraallijnen waren vrij van spectrale storingen voor de onderzochte typen monster (drink- en grondwater).
- de onderste analysegrenzen lagen in vrijwel alle gevallen op het niveau van de opgave van de fabrikant of van de theoretische onderste analysegrenzen. Afwijkingen waren verklaarbaar.
- het lineair dynamisch bereik kon voor zover relevant worden vastgesteld op minimaal 4 decaden.
- de drift over een periode van 33 min is in de praktijk vrijwel altijd kleiner dan 5%.
- de lange-termijn precisie (precisie met correctie voor drift met behulp van het rekenprogramma 'specrek') over een tijdsduur van ca. 2,5 u lag voor de verschillende elementen tussen de 0,2 en de 0,5%.
- matrixeffecten spelen geen rol in de voor de verschillende elementen onderzochte concentratiegebieden.
- bij vergelijking met de resultaten verkregen met de voorheen gebruikte apparatuur (Varian AA-6 vlam-AAS en PE 6000 ICP-AES) werden òf geen significante afwijkingen geconstateerd òf werden geringe afwijkingen geconstateerd (max. 2,6% verschil in helling), die als niet relevant werden beschouwd.

5. LITERATUUR

1. SOP LAC-A257. Bedieningsvoorschrift Spectro Spectroflame M5 (ICP-AES).
Revisie 1. 1992.
2. SOP LAC-M-259. Algemeen voorschrift voor het bepalen van elementconcentraties in waterige oplossingen met behulp van ICP-AES (Spectroflame model M5). Revisie 3. 1993.
3. SOP LAC-M258. Bepaling van het gehalte aan aluminium, barium, calcium, kalium, magnesium, mangaan, natrium, silicium, strontium, ijzer en zink in water met behulp van ICP-AES. Revisie 2. 1992.
4. SOP LAC-P248. Handleiding voor het computerprogramma 'specrek' t.b.v. het berekenen van analyseresultaten uit de meetresultaten van Spectro Spectroflame M5. Revisie 0. 1991.