

EIN APPLIKATIONSBERICHT VON  
SPECTRO ANALYTICAL INSTRUMENTS

ICP-118



## SPECTROGREEN



# Analyse von Abwasser mittels ICP-OES mit Plasmabetrachtung mit Dual Side On Interface (DSOI) Technologie

### Einführung

Abwasser hat einen industriellen oder städtischen Ursprung. Die Handhabung und Behandlung ist in der Regel gesetzlich geregelt. In Europa ist die entsprechende Verordnung die Richtlinie 91/271/EWG [1]. In den USA finden sich die Vorschriften im Federal Water Pollution Control Act (33 U.S.C. §§1251 et seq.) [2], allgemein bekannt als Clean Water Act.

Dank der Fähigkeit zur simultanen Erfassung mehrerer Elemente, des großen linearen dynamischen Bereichs und der hohen Empfindlichkeit wird die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) häufig zur

Abwasseranalyse eingesetzt. Spurenelemente sowie Neben- und Hauptelemente können simultan ermittelt werden, was die Analysekosten senkt. Die Anwendung wird in mehreren ICP-OES-Standardverfahren beschrieben, z. B. der US-EPA-Methode 200.7 [3] oder der ISO 11885 [4].

Dieser Bericht beschreibt die grundlegende Methodik für die Analyse von Abwasser. Es werden typische Nachweisgrenzen für eine Vielzahl von Elementen sowie Messungen zu Präzision und Richtigkeit unter Verwendung von Wiederfindungsmessungen und der Analyse eines zertifizierten Referenzmaterials vorgestellt.

## Analyse von Abwasser mittels ICP-OES mit Plasmabetrachtung 2 mit „Dual Side On Interface (DSOI)“-Technologie



Die Multi-Elementanalyse von Abwasser ist eines der Hauptanwendungsgebiete für ICP-OES. Dieser Bericht zeigt, dass das SPECTROGREEN über alle für die Abwasseranalyse notwendigen Fähigkeiten hinsichtlich Empfindlichkeit, Präzision und Genauigkeit verfügt.

Das SPECTROGREEN mit Dual Side On Interface ermöglicht die genaue Bestimmung von Alkali- und Erdalkalielemente ohne Ionisationspuffer. Spurenelemente werden mit hoher Empfindlichkeit erfasst, ohne dass eine zweite Plasmabetrachtung erforderlich ist. Geräteparameter sowie Linienauswahl werden beschrieben. Niedrige Nachweisgrenzen in Kombination mit einer hohen Analysegeschwindigkeit wurden erzielt. Wiederfindungsmessungen in Abwasserproben und die Analyse eines zertifizierten Referenzmaterials ergaben ebenfalls hervorragende Ergebnisse.

### Experimenteller Teil

#### Messgeräteausstattung

Alle Messungen wurden mit dem optischen Emissionsspektrometer SPECTROGREEN (SPECTRO Analytical Instruments, Kleve, Deutschland) mit Dual Side On-Plasmabetrachtung durchgeführt. Es ermöglicht eine durchschnittlich zweimal höhere Empfindlichkeit im Vergleich zur normalen radialen Plasmabetrachtung und eine vergleichbare Empfindlichkeit zu Dual-View-Systemen mit vertikaler Fackel, während gleichzeitig die für die axiale Betrachtung typischen Störungen eliminiert werden. Darüber hinaus bietet es eine hohe Matrixkompatibilität, einen großen linearen dynamischen Bereich und eine hervorragende Präzision, ohne dass der Plasmabetrachtungsmodus während der Analyse gewechselt werden muss. Das SPECTROGREEN besitzt einen Paschen-Runge-Spektrometeraufbau mit optimierter Rowland-Kreis-Anordnung (ORCA Polychromator). Dabei besteht das optische System aus zwei als Hohlprofil gegossenen Schalenelementen, welche auf kleines Volumen hin optimiert wurden. Mittels 15 linearer CMOS-Detektoren wird der Wellenlängenbereich von 165 bis 770 nm gemessen, wobei das gesamte Spektrum innerhalb von 3 s erfasst werden kann. Dank der einzigartigen Nachberechnungsfähigkeiten des Systems ist auch dann keine neue Messung erforderlich, wenn zu einem späteren Zeitpunkt zusätzliche Elemente oder Linien bestimmt werden müssen.

Die Optik ist luftdicht gekapselt und mit Argon befüllt, das durch ein Filter kontinuierlich umgewälzt wird, um Sauerstoff, Wasserdampf und Kohlenwasserstoffe zu absorbieren. Wegen der hohen Transmission im VUV-Bereich können sowohl Nichtmetalle bestimmt als auch prominente und störungsfreie Linien in dieser Region verwendet werden.

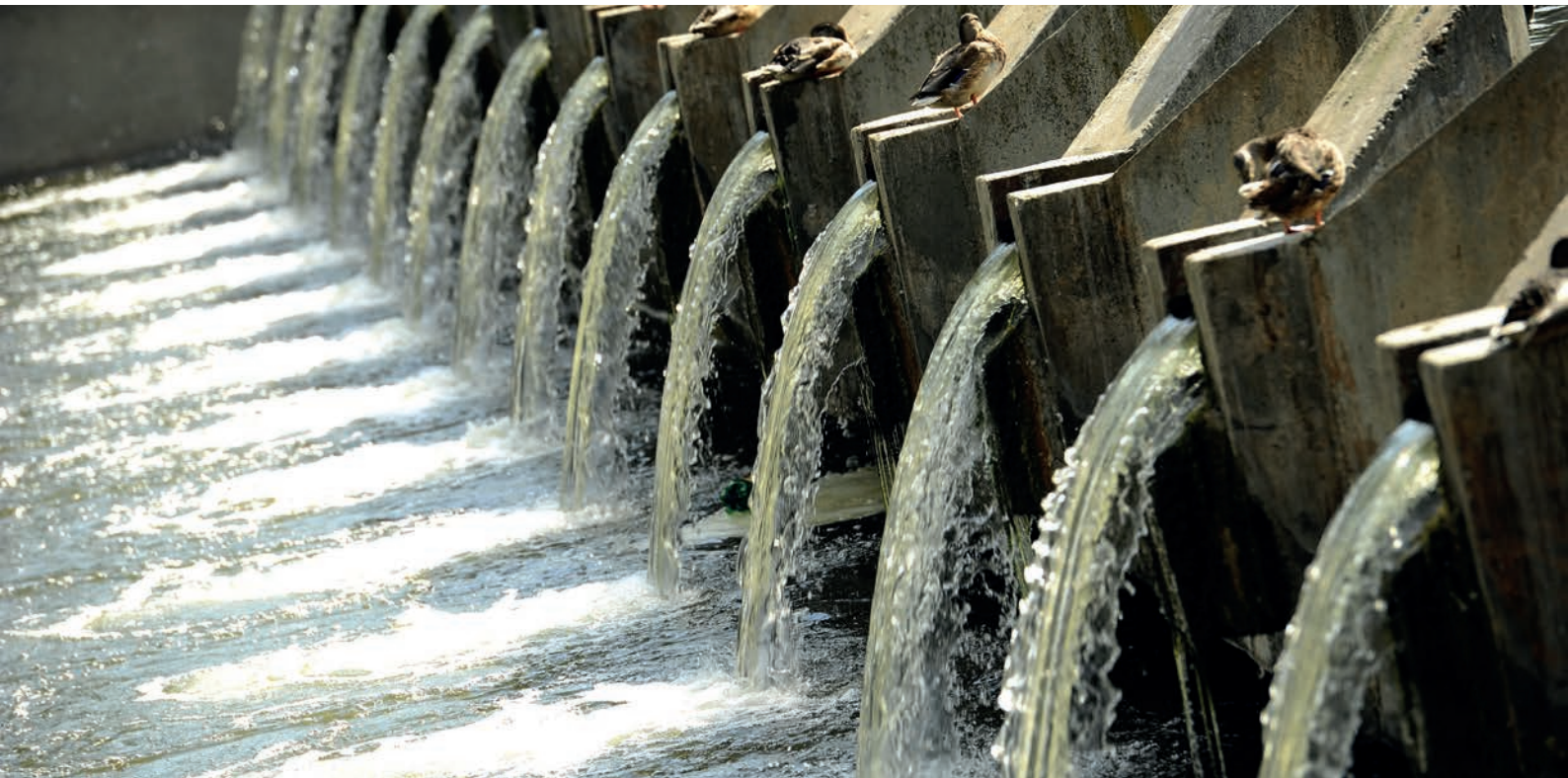
Ein luftgekühlter LDMOS ICP-Hochleistungsgenerator auf der Basis eines freilaufenden 27,12-MHz-Systems gewährleistet auch bei schnell variierender Probenlast eine hervorragende Stabilität der Leistung. Alle wichtigen ICP-Betriebsparameter werden softwaregesteuert und gestatten die einfache Einstellung der optimalen Betriebsbedingungen.

Als Probeneintrag wurden ein SeaSpray-Zerstäuber und eine Zyklon-Sprühkammer verwendet. Die ICP-Betriebsbedingungen sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Tabelle 1: Typische ICP-Betriebsbedingungen

	Dual Side On Interface
<b>Leistung</b>	1150 W
<b>Betrachtungsmodus</b>	Dual Side On
<b>Plasmagasfluss</b>	13,0 L/min
<b>Hilfsgasfluss</b>	0,80 L/min
<b>Zerstäuberfluss</b>	0,90 L/min
<b>Plasmafackel</b>	Quarz, fest, 1,8 mm Injektor
<b>Sprühkammer</b>	zyklonisch
<b>Zerstäuber</b>	SeaSpray
<b>Probenezufuhrrate</b>	2 ml/min
<b>Lesezeit pro Wiederholmessung</b>	48 s





### Kalibrierung

Für die Kalibrierung wurden ein handelsüblicher Mult-Element-Standard [5] und ein Einzel-Element-Standard [6] verwendet und mit 1 % HNO<sub>3</sub> (v/v) [7] angesäuert. Die Konzentrationen der resultierenden Kalibrierstandards sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2: Standard-Konzentration

Element	Std.1 [mg/l]	Std.2 [mg/l]	Std.3 [mg/l]	Std.4 [mg/l]	Std.5 [mg/l]	Element	Std.1 [mg/l]	Std.2 [mg/l]	Std.3 [mg/l]	Std.4 [mg/l]	Std.5 [mg/l]
Ag	0	0,025	0,125	0,5		Mg	25	5,1	50,5	2	0
Al	10	0,1	0,5	2	0	Mn	0	0,1	0,5	2	
As	0	0,1	0,5	2		Mo	0	0,1	0,5	2	
B	0	0,1	0,5	2		Na	20	200,1	100,5	52	0
Ba	0	0,1	0,5	2		Ni	0	0,1	0,5	2	
Be	0	0,1	0,5	2		P	0	0,5	2,5	10	
Ca	0	20,1	50,5	102	200	Pb	0	0,1	0,5	2	
Cd	0	0,1	0,5	2		Sb	0	0,1	0,5	2	
Co	0	0,1	0,5	2		Se	0	0,1	0,5	2	
Cr	0	0,1	0,5	2		Si	0	0,1	0,5	2	
Cu	0	0,1	0,5	2	5	Sn	0	0,1	0,5	2	
Fe	0	2,1	5,5	12	25	Sr	0	0,1	0,5	2	
Hg	0	0,1	0,5	2		Tl	0	0,1	0,5	2	
K	0	0,5	2,5	10	25	V	0	0,1	0,5	2	
Li	0	0,1	0,5	2		Zn	0	0,1	0,5	2	10

### Ergebnisse und Erläuterungen

Tabelle 3 zeigt die ausgewählten Wellenlängen und die ermittelten Nachweisgrenzen (NWG). Die NWG wurden gemäß folgender Gleichung [8] berechnet:

$$NWG = 3 RSD_b c / 100 SBR$$

Mit:

- RSD<sub>b</sub>: – relative Standardabweichung von  
10 Wiederholmessungen der Leerprobe (in %)
- c: – Konzentration der Standardprobe
- SBR: – Signal/Untergrund-Verhältnis

Tabelle 3: Typische Nachweisgrenzen (NWG) für die ausgewählten Linien mit Dual Side On-Plasmabetrachtung

Element	λ [nm]	NWG (3 σ) [μg/l] Dual Side On	Element	λ [nm]	NWG (3 σ) [μg/l] Dual Side On
Ag	328,068	0,9	Mg	285,213	0,5
Al	167,078	0,1	Mn	257,611	0,06
As	189,042	1,3	Mo	202,095	0,3
As	193,759	2,1	Na	589,592	5
B	249,773	0,4	Ni	221,648	0,4
Ba	455,404	0,1	Ni	231,604	0,5
Be	313,042	0,04	P	177,495	1,0
Ca	315,887	2,3	P	178,287	1,5
Cd	214,438	0,1	Pb	220,353	2,2
Cd	226,502	0,18	Sb	206,833	2,0
Co	228,616	0,3	Se	196,090	3,2
Cr	267,716	0,5	Si	251,612	0,9
Cu	324,754	0,8	Sn	189,991	0,7
Fe	259,941	0,3	Sr	407,771	0,03
Hg	184,950	0,6	Tl	190,864	1,9
Hg	194,227	0,7	V	311,071	0,7
K	766,491	17	Zn	213,856	0,1
Li	670,780	0,8			



### Richtigkeit

Richtigkeit und Präzision der Methode wurde durch die Analyse einer dotierten Abwasserprobe und des Referenzmaterials ERM-CA713 [9] untersucht. Tabelle 4 zeigt die gemessenen Konzentrationen der ursprünglichen Abwasserprobe, die aufgestockten Konzentrationen, die der Probe unter Verwendung eines Multi-Element-Standards [5] und Einzel-Element-Standards [6] zugesetzt wurden, und die gemessenen Konzentrationen der aufgestockten Probe. Bei allen analysierten Elementen war die Wiederfindung ausgezeichnet.

Die Wiederfindung der zertifizierten Konzentrationen des Referenzmaterials ERM-CA713 ist in Tabelle 5 zusammen mit den relativen Standardabweichungen (RSD) der Wiederholungsmessungen wiedergegeben. Für alle analysierten Elemente konnten mit RSDs unter 0,5 % eine hohe Präzision erreicht werden. Darüber hinaus wurde das Referenzmaterial mit perfekter Übereinstimmung zu den zertifizierten Werten analysiert.

Element/Linie	Proben-Konzentrationen [mg/l]	Aufgestockte Konzentrationen [mg/l]	Gemessene Konzentrationen [mg/l]	Wiederfindung [%]
Ag 328.068	< NWG	0,025	0,025	98,0
Al 167.078	0,142	0,100	0,237	95,0
As 189.042	< NWG	0,100	0,103	100,0
B 249.773	0,06	0,100	0,159	99,0
Ba 455.404	0,178	0,100	0,275	97,0
Be 313.042	< NWG	0,100	0,100	99,7
Ca 317.933	41,9	1,10	42,95	95,5
Cd 214.438	< NWG	0,100	0,098	98,0
Co 228.616	< NWG	0,100	0,099	98,5
Cr 267.716	< NWG	0,100	0,099	98,1
Cu 324.754	< NWG	0,100	0,103	101,2
Fe 238.204	0,102	0,100	0,196	94,0
Hg 184.950	< NWG	0,100	0,098	98,3
K 766.491	22,8	1,50	24,21	94,0
Li 670.780	< NWG	0,100	0,106	98,9
Mg 279.079	2,75	0,100	2,840	90,0
Mn 257.611	< NWG	0,100	0,100	98,8
Mo 202.095	< NWG	0,100	0,099	97,4
Na 589.592	184,6	5,0	189,5	98,0
Ni 221.648	< NWG	0,100	0,102	99,0
P 177.495	0,675	0,500	1,160	97,0
Pb 220.353	< NWG	0,100	0,096	95,8
Sb 206.833	< NWG	0,100	0,102	101,8
Se 196.090	< NWG	0,100	0,104	103,3
Sn 189.991	< NWG	0,100	0,091	91,1
Sr 407.771	0,146	0,100	0,245	99,0
Tl 190.864	< NWG	0,100	0,098	97,5
V 311.071	< NWG	0,100	0,101	99,0
Zn 213.856	0,0291	0,100	0,133	103,9

Tabelle 4: Wiederfindung einer dotierten Abwasserprobe

Tabelle 5: Wiederfindung des Referenzmaterials ERM-CA713

Element/Linie	Zertifizierter Wert [µg/l]	Gemessene Konzentrationen [µg/l]	Wiederfindung [%]	RSD [%]
As 189.042	10,8 ± 0,3	11,0	101,7	0,415
Cd 214.438	5,09 ± 0,20	5,1	100,2	0,316
Cr 267.716	20,9 ± 1,3	22,2	106,3	0,063
Cu 324.754	101 ± 7	102	101,3	0,200
Fe 259.941	445 ± 27	442	99,4	0,321
Hg 184.950	1,84 ± 0,11	1,85	100,5	0,451
Mn 257.611	95 ± 4	92,9	97,8	0,282
Ni 231.604	50,3 ± 1,4	50,8	101,1	0,284
Pb 220.353	49,7 ± 1,7	50,4	101,4	0,167
Se 196.090	4,9 ± 1,1	5,1	103,3	0,430
Zn 213.856*	78	81,0	103,8	0,066

\* nicht zertifizierte Konzentration, nur zur Information

### Schlussfolgerungen

Das SPECTROGREEN mit Dual Side On Interface-Plasmabetrachtung bietet eine einfache, schnelle, präzise und kosteneffiziente Methode zur Analyse von Abwasser. Für eine aufgestockte Abwasserprobe und für das Referenzmaterial ERM-CA713 wurden hervorragende Präzisions- und Wiederfindungswerte ermittelt. In Verbindung mit einem Probenwechsler kann das SPECTROGREEN vollautomatisch betrieben werden. Unabhängig von der Anzahl der Linien und Elemente kann eine Analyse (einschließlich drei Wiederholmessungen und Vorspülung) in weniger als vier Minuten durchgeführt werden.

### Referenzen

- [1] Richtlinie 91/271/EWG und geänderte Richtlinie 98/15/EWG zur städtischen Abwasseraufbereitung
- [2] Federal Water Pollution Control Act (33 U.S.C. §1251 et seq.)
- [3] Methode 200.7 Bestimmung von Metallen und Spurenelementen in Wasser und Abwasser durch die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma Rev. 4.4
- [4] ISO 11885: 2009
- [5] Bernd Kraft GmbH, Duisburg, Deutschland
- [6] Inorganic Ventures, Christiansburg VA, USA
- [7] HNO<sub>3</sub> Suprapur®, 65 %, Merck, Darmstadt, Deutschland
- [8] P. W. J. M. Boumans, Spectrochim. Acta 46B, 431 (1991)
- [9] Europäische Kommission, Gemeinsame Forschungsstelle (JRC), Direktion F – Gesundheit, Verbraucher und Referenzmaterialien, Geel, Belgien

## Analyse von Abwasser mittels ICP-OES mit Plasmabetrachtung 8 mit „Dual Side On Interface (DSOI)“-Technologie



KONTAKT AUFNEHMEN



ANGEBOT ANFORDERN



DEMO ANFORDERN



RESSOURCEN

[www.spectro.com](http://www.spectro.com)



**SPECTRO**

**AMETEK**  
MATERIALS ANALYSIS DIVISION

### DEUTSCHLAND

SPECTRO Analytical Instruments GmbH  
Boschstraße 10  
D-47533 Kleve  
Tel.: +49 2821 892 100  
Fax: +49 2821 892 2202  
[spectro.sales@ametek.com](mailto:spectro.sales@ametek.com)

### USA

SPECTRO Analytical Instruments Inc.  
91 McKee Drive  
Mahwah, NJ 07430  
Tel.: +1 800 548 5809  
+1 201 642 3000  
Fax: +1 201 642 3091  
[spectro-usa.sales@ametek.com](mailto:spectro-usa.sales@ametek.com)

### CHINA

AMETEK Commercial  
Enterprise (Shanghai) CO., LTD.  
Part A1, A4 2nd Floor Building No.1,  
No.526 Fute 3rd Road East, Pilot Free Trade Zone  
200131 Shanghai  
Tel.: +86 400 100 3885, +86 400 189 7733  
Fax: +86 21 586 609 69  
[spectro-china.sales@ametek.com](mailto:spectro-china.sales@ametek.com)

Niederlassungen: ► **FRANCE**: Tel +33.1.3068.8970, Fax +33.1.3068.8999, [spectro-france.sales@ametek.com](mailto:spectro-france.sales@ametek.com), ► **GREAT BRITAIN**: Tel +44.1162.462.950, Fax +44.1162.740.160, [spectro-uk.sales@ametek.com](mailto:spectro-uk.sales@ametek.com), ► **INDIA**: Tel +91.22.6196 8200, Fax +91.22.2836 3613, [sales.spectroindia@ametek.com](mailto:sales.spectroindia@ametek.com), ► **ITALY**: Tel +39.02.94693.1, Fax +39.02.94693.650, [spectro-italy.sales@ametek.com](mailto:spectro-italy.sales@ametek.com), ► **JAPAN**: Tel +81.3.6809.2405, Fax +81.3.6809.2410, [spectro-japan.info@ametek.co.jp](mailto:spectro-japan.info@ametek.co.jp), ► **SOUTH AFRICA**: Tel +27.11.979.4241, Fax +27.11.979.3564, [spectro-za.sales@ametek.com](mailto:spectro-za.sales@ametek.com),

SPECTRO ist weltweit in mehr als 50 Ländern aktiv. Ihren örtlichen Ansprechpartner finden Sie unter [www.spectro.com/worldwide](http://www.spectro.com/worldwide).

© AMETEK Inc., 2019, all rights reserved, subject to technical modifications • G-19, Rev. 0 • Photos: SPECTRO, Corbis, Getty Images, iStockphoto • Registered trademarks of SPECTRO Analytical Instruments GmbH • SPECTRO : USA (3,645,267); EU (005673694); "SPECTRO": EU (009693763); "SPECTROGREEN": EU: (017931732)