

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Analysentechniken in der Atomspektroskopie

Teil 2:
Theoretische und praktische Aspekte im Vergleich:
welche Analysenmethode ist die Richtige?

Dr. Andreas Stroh, Dr. Dieter Projahn
Beratung und Verkauf:
Nicole Fellner, Marius Lange,
Manfred Schwarz, Deutschland Süd
Carsten Nottrott, Deutschland Mitte
Susann Hahn Deutschland Nord
Stefan Weiland, Deutschland Ost

1

 Agilent Technologies

Confidentiality Label
November 30, 2011

Welche Techniken werden verglichen ?

- AAS
 - Atom-Absorptions-Spektroskopie
- ICP-OES
 - Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma
- ICP-MS
 - Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
- MP-AES
 - Mikrowellenplasma-Atomemissions-Spektroskopie

2

 Agilent Technologies

November 30, 2011



Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Weltweit erstes AAS

Das *Techtron AA-3*: weltweit erstes kommerzielles AAS, 1964 auf der Pittsburgh Conference vorgestellt.

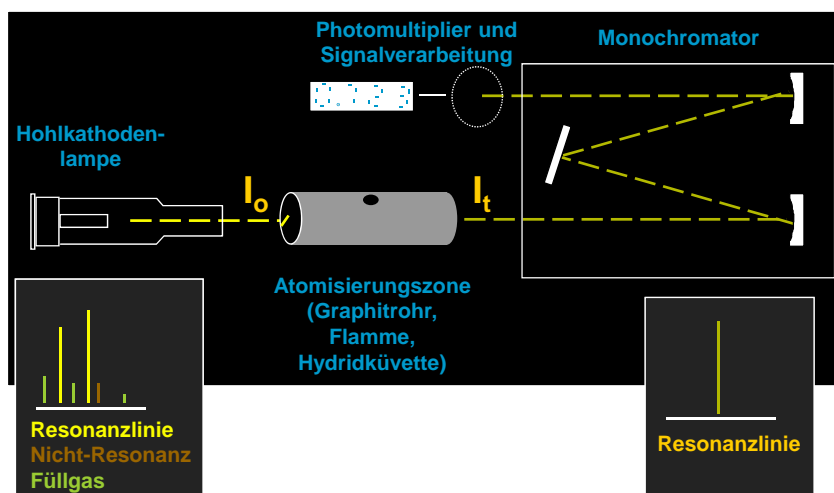


3

Agilent Technologies

November 30, 2011

Typischer Aufbau AAS



4

Agilent Technologies

November 30, 2011

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Czerny-Turner-Monochromator

Funktion

Der Gitterwinkel bestimmt die Wellenlänge, die auf den Austrittsspalt fokussiert wird

Agilent Technologies

Agilent AA 280 FS

6

Agilent Technologies

November 30, 2011

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

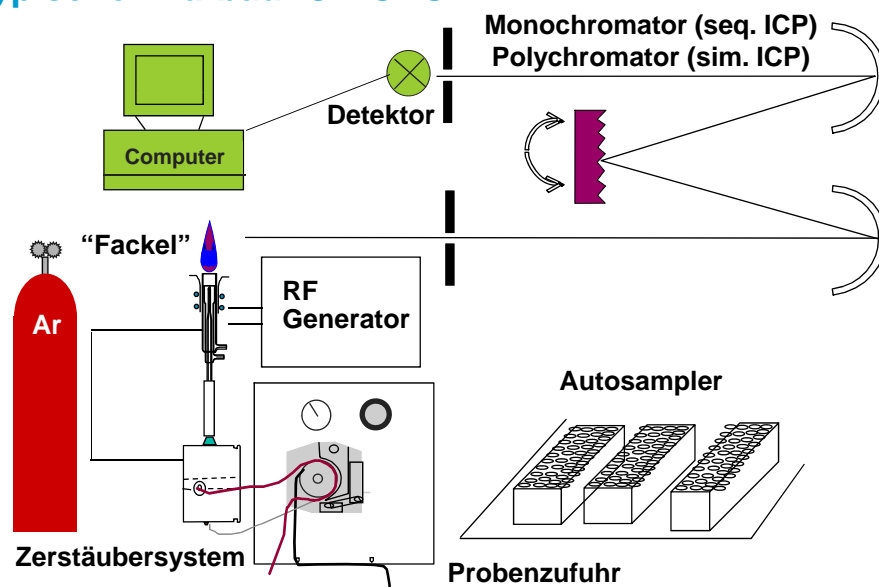
ICP-OES

inductive coupled plasma -
optical emission spectroscopy

7

Agilent Technologies

Typischer Aufbau ICP-OES



8

Agilent Technologies

November 30, 2011

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Simultanes ICP-OES: Funktionsprinzip Echelle-Spektrometer

Simultane Messung aller Linien und Untergrund
lückenlose Erfassung des gesamten Wellenlängenbereiches 160-800nm

“Echelogramm”: Spektrum nach Wellenlängen und Beugungsordnungen zweidimensional aufgetrennt

zweites dispergierendes Element, z.B. Prisma (Aufspaltung nach Wellenlängen)

Echelle-Gitter (Aufspaltung nach Beugungsordnungen)

Spiegel

Plasma

Eingangsoptik

9

Agilent Technologies

November 30, 2011

Anordnung des Plasmas

Radiale Beobachtung (vertikal)

Zentraler Kanal

Betrachteter Anteil

Fireball

Höhe Eintrittsspalt

Induktionsspule

Axiale Beobachtung (horizontal)

Feldtiefe

Zentraler Kanal

Betrachteter Anteil

Induktionsspule

Fireball

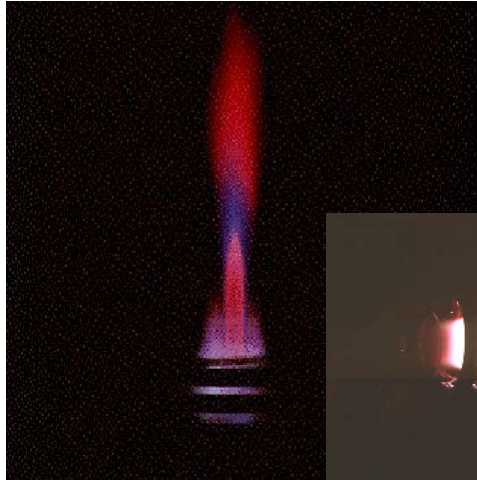
Agilent Technologies

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

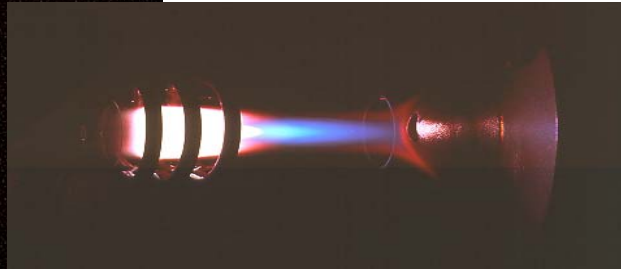
Welche Analysenmethode ist die Richtige

Anordnung des Plasmas

Radiale Beobachtung (vertikal)



Axiale Beobachtung (horizontal)



 Agilent Technologies

Neue ICP Produktfamilie



Serie
700-ES

12

 Agilent Technologies


November 30, 2011

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

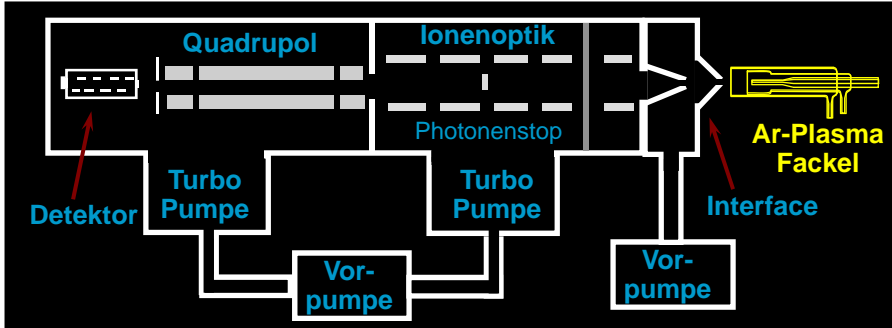
ICP-MS

ICP-Massenspektrometrie


13 

Typischer Aufbau ICP-MS (1)

Zerstäuber → Probenaerosol → Argon-Plasma
Hohe Plasmatemperaturen → Ionisierung der Elemente



ca. 10^{-6} mbar ca. 10^{-5} mbar ca. 3 mbar



Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

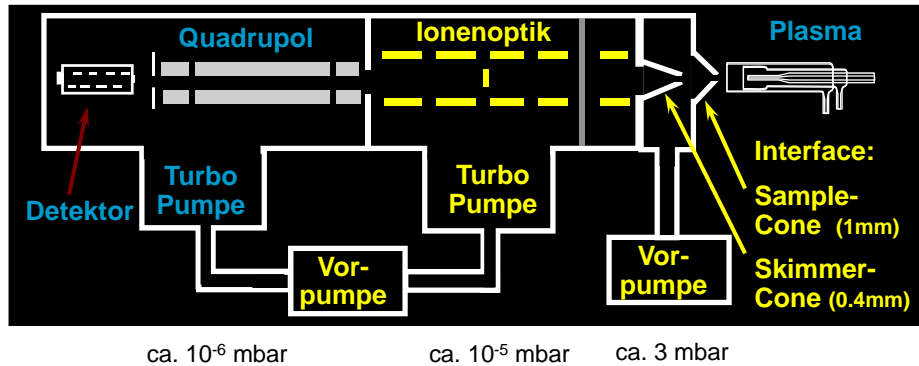
Typischer Aufbau ICP-MS (2)

Überführung der Ionen ins Hochvakuum

Aufgabe der Ionenoptik (elektromagnetische Felder, "Ionenlinsen"):

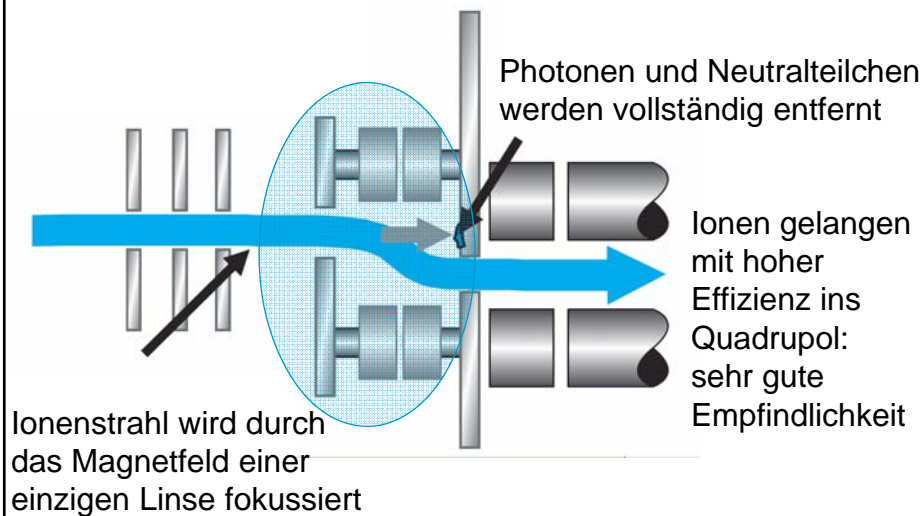
Fokussierung nur von Ionen in den Quadrupol-Massenfilter

- Neutralteilchen, Atome, Photonen erzeugen Untergrundsignal



Agilent Technologies

Agilent Omega-Linse: "off-axis"-System



16

Agilent Technologies

November 30, 2011



Analysentechniken in der Atomspektrometrie

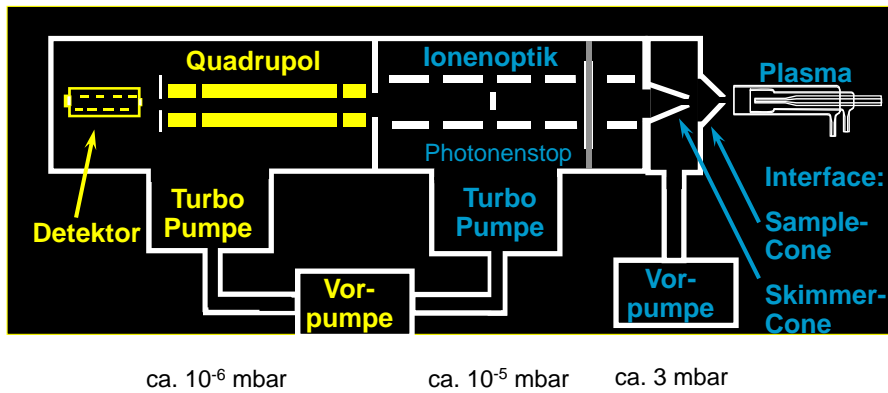
Welche Analysenmethode ist die Richtige

Typischer Aufbau ICP-MS (3)

Quadrupol-Massenfilter → Auftrennung des Ionenmix nach Masse/Ladung

Schnelles Durchscannen der Massen von ca. 3-300 amu (50 Scans/s)

Detektor: Umwandlung der einzelnen Ionen in eine Elektronenlawine



17

Agilent Technologies

November 30, 2011

ICP-MS Instrument

Agilent
Serie 7700



18

Agilent Technologies

November 30, 2011



Agilent Technologies

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

MP-AES

Mikrowellenplasma -
Atomemissionsspektroskopie

19

 Agilent Technologies

Agilent 4100 MP-AES



 Agilent Technologies

Page 20

Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Welche Technik
für welche Anwendung ?

21

 Agilent Technologies

Confidentiality Label
November 30, 2011

Wichtige Faktoren für eine Analysentechnik

- Probenart
- benötigte Leistungsfähigkeit
 - Empfindlichkeit bzw. Nachweisgrenzen
 - Genauigkeit und Richtigkeit
 - Matrixempfindlichkeit
- geforderter **Probendurchsatz**
 - A Anzahl der Proben
 - B Anzahl der Elemente
- analytische Erfahrung des Anwenders
- **vorhandenes Budget**
- laufende Kosten

22

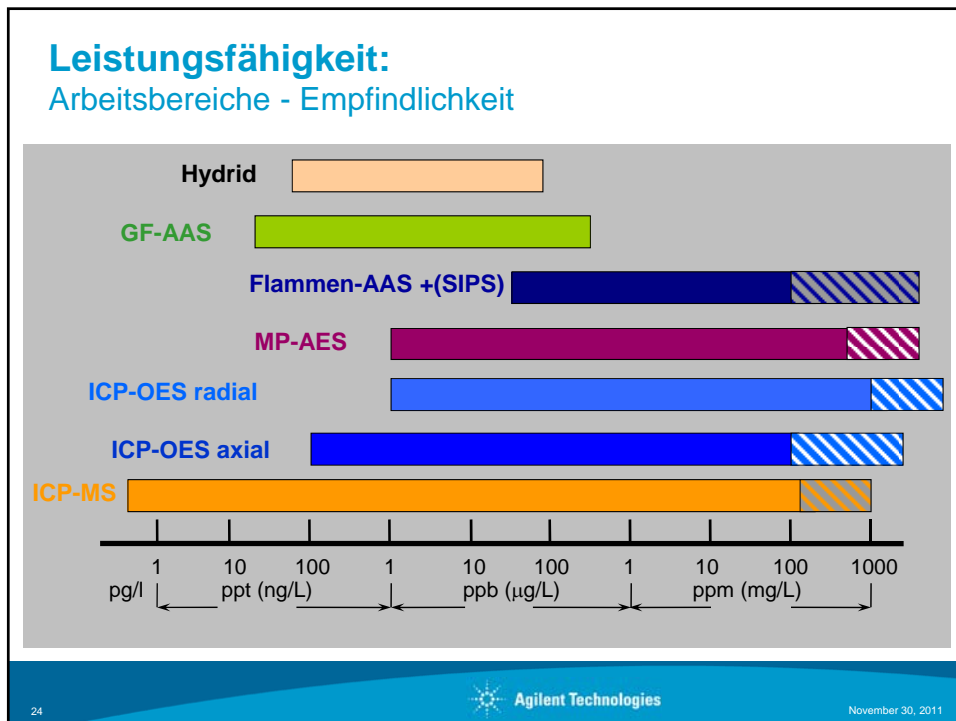
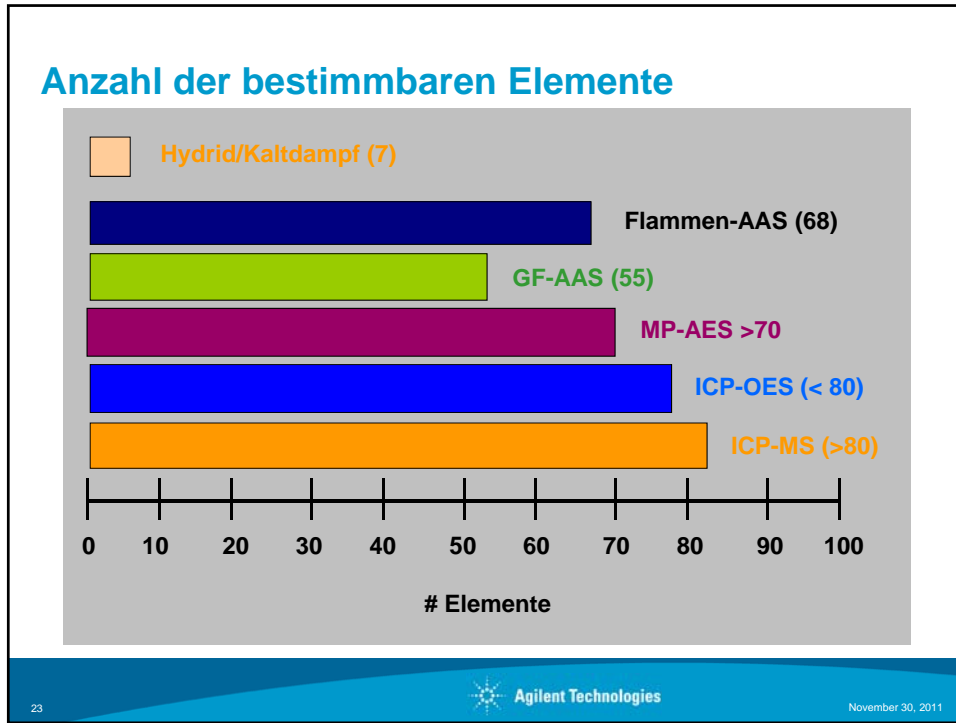
 Agilent Technologies

November 30, 2011



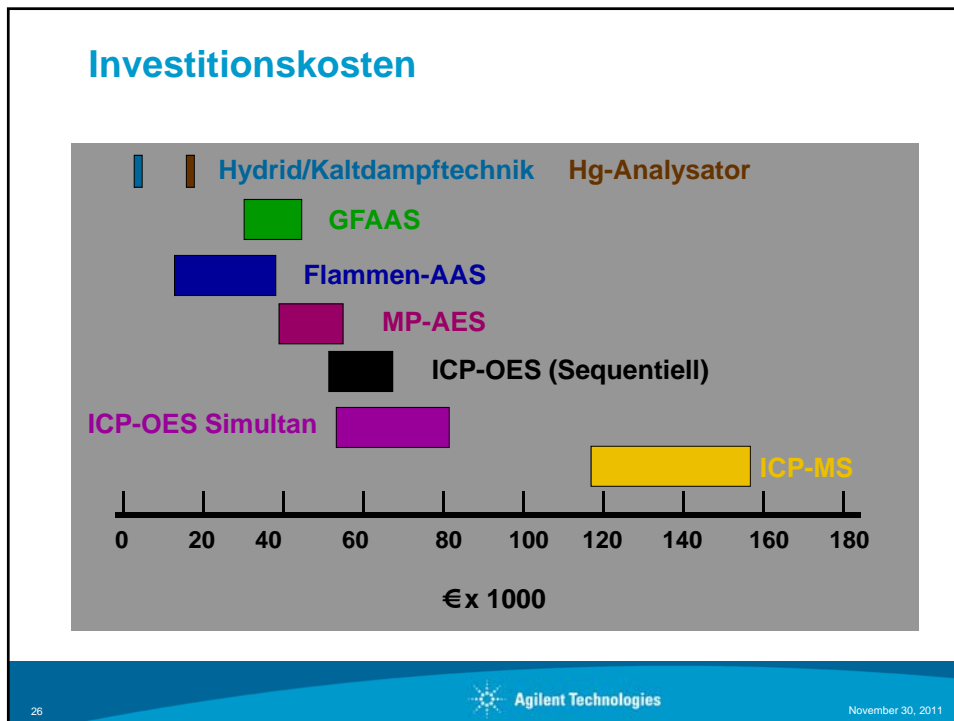
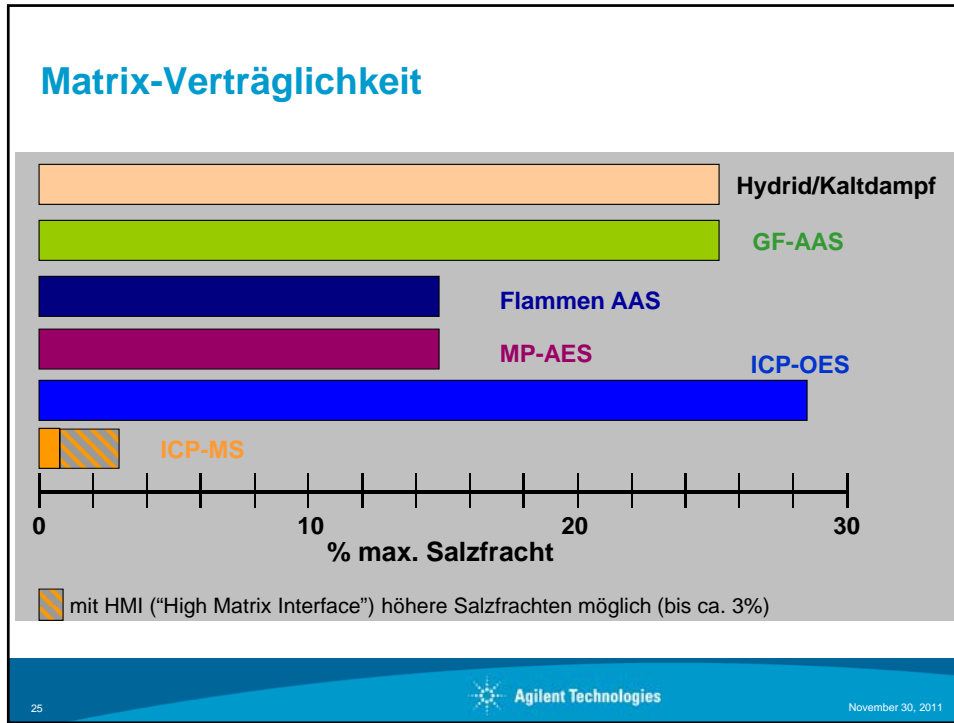
Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige



Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige



Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Vergleich der Techniken

Anwendererfahrung

	F – AAS	MP-AES	GF-AAS	ICP-OES	ICP-MS
Methodenentwicklung	einfach	Relativ einfach	Erfahrung erforderlich	Erfahrung erforderlich	Erfahrung erforderlich
Daten-Interpretation	einfach	einfach	einfach	relativ einfach	Erfahrung erforderlich

Anmerkungen / Kommentar:

Welches Personal ist vorhanden ?

Wer soll bzw. kann den neuen Meßplatz betreuen ?

Gibt es Erfahrungen mit anderen Techniken der Atomspektroskopie?

27

 Agilent Technologies

November 30, 2011

Beispiel 1 - “optimale” Technik ?

40 Proben/Tag, 3 x pro Woche

4 Elemente je Probe

- Na, Ca, K, Mg

0.1 – 50 mg/L Konzentrationsbereich

Matrix : 0.1 – 5%

→ **Flammen-AAS**

AA240FS mit SIPS benötigt ca. 50 Minuten für die Analytik.

Niedrige Investitions- und Betriebskosten

28

 Agilent Technologies

November 30, 2011



Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Beispiel 2 - und hier ?

150 Proben/Tag, 5 x pro Woche

22 Elemente je Probe in Bodenextrakten

- Ag, Al, As, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V, Zn

0.01 – 2000 mg/L Konzentrationsbereich

→ Axiales ICP-OES

710/720-ES benötigt für die Analytik inklusive QC ca. 6 Stunden. Mittlere Investitionskosten aber schnelle Amortisierung.

29

 Agilent Technologies

November 30, 2011

Beispiel 3

50 Proben/Tag, 5 x pro Woche

14 Elemente je Probe in Umweltproben

- Al, Ca, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sn, V, Zn

0.05 – 1000 mg/L Konzentrationsbereich

→ MP-AES

4100 MP-AES ist sowohl von den Nachweisgrenzen als auch der Zahl der Elemente geeignet. Geringste Betriebskosten, daher optimale Technik für diese Aufgabenstellung

30

 Agilent Technologies

November 30, 2011




Analysentechniken in der Atomspektrometrie

Welche Analysenmethode ist die Richtige

Vergleich der Techniken
Zusammenfassung

Parameter	ICP-MS	ICP-OES	MP-AES	FS-FAAS	F - AAS	GFAAS
Elemente	> 75	> 70	> 70	> 60		> 50
Übliche Anwendung	5 - >50	5 - >30	1 - 20	3 - >10	1 - 5	1 - 5
NWG	< ng/L	< µg/L	µg/L	µg/L - mg/L		ng/L - µg/L
Typischer Arbeitsbereich	ng/L - mg/L	µg/L - %	µg/L - %	mg/L - %		µg/L
Proben-durchsatz	1 - 5 min Probe	<1 - 5 min Probe	1-10 min Probe	1-2 min Probe	5-15 sek Element	1 - 5 min Element
Linearität	10 ⁹	10 ⁶	10 ⁵	10 ³		10 ²
Kurzzeitstabilität	1 - 3 %	0,1 - 2 %	0,1 - 1 %	0,1 - 1 %		1 - 5 %
Langzeitstabilität	< 3 %	< 1 %	1 - 2 %	< 2 %		< 5 %

31  November 30, 2011

Zusammenfassung

Welche Analysentechnik ist die richtige?

Auswahl des **“idealen” Analysensystems** nicht immer eindeutig


- Überlappung der idealen Einsatzgebiete der Techniken

Häufigste Entscheidungskriterien:

- Budget – verfügbares Investitionsvolumen
- Probendurchsatz
- Konzentrationsbereich

Basistechnik: sollte den grössten Routinebedarf abdecken

- für zusätzliche oder schwierig zu bestimmende Elemente Alternativtechnik(en) einsetzen (ggf. Fremdvergabe)
- **häufige Kombinationen:** F+GF-AAS (DUO), ICP-OES/GF-AAS, ICP-OES/ICP-MS
MP-AES + GFAAS oder ICP-MS

32  November 30, 2011