Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Analytische Leistungsfähigkeit verschiedener Untergrundkompensationsmethoden in der AAS

- Vortrag VDLUFA Kongress 2008 -

- Tobias Limburg -

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Motivation

- Vergleich von Parametern (z.B. Empfindlichkeit, NWG, WFR) der Geräte PE 5100 ZL und contrAA700 anhand folgender Elemente: Cd, Cr, Cu und Mn

- Untersuchung dieser Parameter in verschiedenen Matrices (Wässrige Lösungen, Salzlösungen, Huminsäuren)

- Untersuchung von Realproben (Probennahme an der Werra und am Zellstoffwerk Stendal)

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Modelllösungen

Statistische Auswertung:

- Prüfung der Linearität durch Mandel-Test
- Prüfung auf Varianzenhomogenität
- Bestimmung der BG, EG und NWG nach DIN 32645
- Bestimmung der Wiederfindungsrate

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Modelllösungen

Wässrige Lösungen

Empfindlichkeit des Analyseverfahrens

Nachweisgrenzen in µg/L

	Kalibriergeradenmethode			Leerwertmethode		
	ZUK	HR-CS-AAS	Faktor	ZUK	HR-CS-AAS	Faktor
Cadmium	0,097	0,253	2,61	0,025	0,023	1,08
Chrom	0,194	0,321	1,65	0,062	0,030	2,03
Kupfer	0,076	0,107	1,41	0,112	0,073	1,54
Mangan	0,283	0,031	9,13	0,066	0,064	1,03

Angaben in Al(mg/L)

NWG ZUK besser als HR-CS-AAS

NWG HR-CS-AAS besser als ZUK

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Modelllösungen

Salzlösungen

→ Messung 3%-iger NaCl-Lösung mit der HR-CS-AAS

→ Cd-Messung mit 0,5%-iger NaCl-Lösung (beide Methoden)

Vergleich der WER bei Salzlösungen

Empfindlichkeit des Analysenverfahrens

Salzlösungen	ZUK	HR-CS-AAS	Faktor
Cadmium	96,9 (± 4,4) %	0,0[illegible]	95,8 (± 5,8) %
Chrom	100,2 (± 7,4) %	0,[illegible]	99,4 (± 2,3) %
Kupfer	112,8 (± 5,0) %	0,[illegible]	75,9 (± 7,9) %
Mangan	88,1 (± 14,1) %	0,[illegible]	95,6 (± 4,8) %

Angaben in V(mg/L)

NWG ZUK besser als HR-CS-AAS

NWG HR-CS-AAS besser als ZUK

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Modelllösungen

Huminsäuren

→ amorphe, braunschwarze, hydrophile, fein verteilte Substanzen mit Molmassen von einigen 100 bis 10 000 g/mol

Elementzusammensetzung in % für verschiedene Huminstoffe

Element	Humin-säuren	Fulvin-säuren	Humat der Fa. Roth
C	53,8-58,7	40,7-50,6	40,24
H	3,2-6,2	3,8-7,2	4,62
N	0,8-4,3	0,9-3,3	0,86
S	0,1-1,5	0,1-3,6	0,46

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Modelllösungen

Huminsäuren

Empfindlichkeit und Nachweisgrenzen in µg/L

Leerwertmethode

	ZUK	HR-CS-AAS	Faktor
Cadmium	0,028	0,048	1,73
Chrom	0,254	0,261	1,01
Kupfer	0,235	0,161	1,46
Mangan	0,198	1,516	7,67

Wiederfindungsraten in %

	ZUK	HR-CS-AAS	Faktor
Cadmium	69,5 (± 15,8) %	130,0 (± 22,6) %	1,87
Chrom	98,3 (± 8,3) %	115,7 (± 4,1) %	1,18
Kupfer	90,8 (± 11,0) %	113,4 (± 14,3) %	1,25
Mangan	120,4 %	106,9 (± 8,5) %	

Angaben in µg/L

NWG ZUK besser als HR-CS-AAS

NWG HR-CS-AAS besser als ZUK

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Realproben

Probennahme Werra

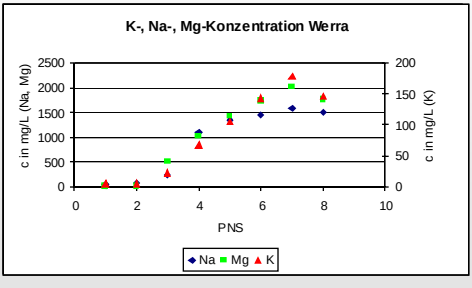
© Prof. J. W. Einax

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Realproben

Werra - Ergebnisse

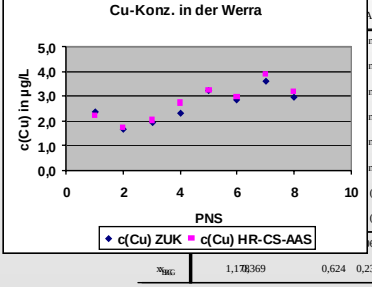


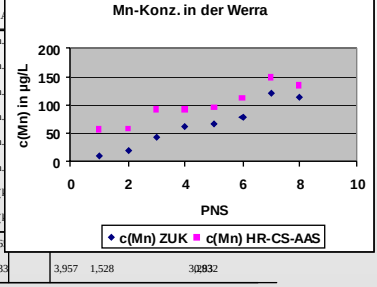
Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Realproben

Werra - Ergebnisse





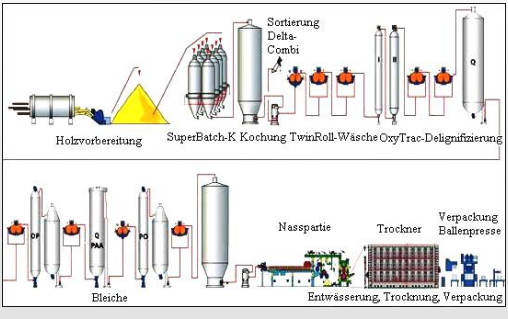
| | | |

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Realproben

Probennahme Zellstoffwerk Stendal



Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Untersuchung von Realproben

Zellstoffwerk Stendal - Ergebnisse

PNS	c(Cu) in µg/L		c(Mn) in µg/L	
	PE 5100 ZL	contrAA 700	PE 5100 ZL	contrAA 700
E1	2,58 (± 0,20)	2,61 (± 0,16)	1,44 (± n.1,11)	0,92 (± 0,09)
E1-3	90,91 (± 0,39)	62,32 (± 0,62)	9671,00 (± 1106,33)	10,92 (± 17,04)
Q-Stufe	14,20 (± 0,26)	15,67 (± 0,15)	570,91 (± 0,89)	7,57 (± 2,32)
D-Stufe	12,82 (± 0,09)	11,02 (± 0,06)	632,75 (± 5,80)	5,60 (± 0,25)
PO-Stufe	3,69 (± 0,09)	4,23 (± 0,06)	134,98 (± 0,06)	2,46 (± 0,17)
ZS Ein	3,32 (± 0,09)	3,32 (± 0,16)	4,47 (± n.1,11)	0,92 (± 0,22)
x_{NG}	0,187	0,165	0,4364	0,252 0,905
x_{BG}	10,769	6,283	1,5957	0,932 3,283

n.n. – nicht nachgewiesen; - Untergrund zu groß

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Zusammenfassung

Vorteile der HR-CS-AAS gegenüber der ZUK:

- Bessere Optimierung des Temperaturprogramms, da spektrale Umgebung sichtbar ist sowie durch eine integrierte Ofenkamera
- Matrixbelastung wird besser kompensiert durch querbeheiztes Graphitrohr
- Bessere Empfindlichkeit, da Signalauswertung mit 3 Pixeln
- Niedrigere Nachweisgrenzen durch höhere Strahlungsintensität der Xenon-kurzbogenlampe
- Wirtschaftlicher, da Lampenwechsel entfällt → Gerät messbereit für jedes Element

Friedrich-Schiller-Universität Jena
IAAC Lehrbereich Umweltanalytik

analytikjena

Vielen Dank für ihre Aufmerksamkeit!