

Kationen mit ICP-AES

Prinzip

Die in einer Wasserprobe gelösten Kationen wie Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} können mit ICP-AES (induktiv gekoppelte Plasma-Atomemissionsspektroskopie) quantifiziert werden. Eine Hochfrequenz-induktionsspule erzeugt ein Plasma über einem Argonstrom, in dem die Wasserprobe zerstäubt vorliegt. Das Plasma wird mit einem Teslafunken gezündet. Das ICP-AES misst die Lichtintensitäten, die von jeder Ionenspezies emittiert werden, wenn diese im Plasma ionisiert werden, wobei jedes Ion Energie mit einer charakteristischen Frequenz emittiert. Die Energieintensitäten sind über weite Bereiche den Ionenkonzentrationen proportional. Die Auftrennung in die verschiedenen Wellenlängen erfolgt über ein Konkavgitter nach Rowland.

Material

- 0.45 μm -Filter, PE-Fläschchen (15 ml), 1 ml sterile Einmalspritzen (PP)
- 10 ml Polystyrolröhrchen
- Für die Eichlösungen werden PE-Messkolben verwendet, welche vorgängig mit 1 M HNO_3 gereinigt werden: Mit HNO_3 (1 M) bis zum Rand füllen und über Nacht stehen lassen: Messkolben 3x mit Seradestwasser spülen, bis zum Rand mit Seradestwasser füllen und über Nacht stehen lassen.

Technische Daten

Gerät: Sequentielles Spektrometer Spectroflame M, Spectro Analytical Instruments, Kleve, BRD.

Bedienung durch automatische Parameter-Einstellung mit gespeicherten kompletten Multielementmethoden.

Monochromator: nutzbarer Wellenlängenbereich: 190-480 nm; mit Stickstoffspülung: 165-480 nm: Abschnitt mit sehr nachweisstarken und störungsfreien Linien z. B. für Schwefel, Phosphor, Bor oder Aluminium.

Polychromator: Nutzbarer Wellenlängenbereich: 480- 800 nm; vor allem für die Analyse der Alkalielemente Lithium, Natrium und Kalium.

Vorgehen

- **Probenkonservierung**
Die Seewasserproben werden mit 0.5 M HNO_3 (Endkonzentration) fixiert und bei 4°C aufbewahrt. Sie sind zirka 2-3 Wochen haltbar.
- 0.7 ml HNO_3 (65%) in 15 ml PE-Fläschchen vorlegen (Endkonzentration: 0.5M).
- 0.45 μm -Filter mit 0.5 M HNO_3 spülen, um Rückstände zu entfernen.
- Seewasser durch denselben Filter¹ filtrieren und bis 10 ml auffüllen.
- Detektion mittels ICP-AES.

Hinweise

Bei hohen Konzentrationen internen Standard anwenden. Overflow ist bei 2 Mio. digits/10 s Messdauer im Messmodus oder bei 200000 digits/s im Scanmodus erreicht: ein breiter Peak der Scans zeigt Overflow an. Es ist zu empfehlen, die Rekalibrierlösung mit höchster Konzentration im Scanmodus auf Overflow zu testen.

¹ Eine Filtration durch 0.45 μm -Filter gewährleistet Partikelfreiheit und durch 0.22 μm -Filter Sterilität, d.h. die biologische Aktivität wird weitgehend ausgeschaltet. Falls die Messungen im ppm-Bereich durchgeführt werden, Ansäuern und Filtration durch 0.22 μm -Filter. Für Messungen im ppb-Bereich muss beachtet werden, dass es zwar wünschenswert ist, die biologische Aktivität auszuschalten, aber gleichzeitig gewinnen hier die Filtereigenschaften (Zusammensetzung des Filters) an Bedeutung, da sich in diesem Bereich Änderungen der Kationenkonzentrationen ergeben können. Für Aufschlüsse von Sedimentproben ist eine 0.45 μm -Filtration genügend.