


Grundlagen der Atomspektroskopie: Hardware

FÜR EINE
BESSERE WISSENSCHAFT

AGILENT AND YOU



Agilent Technologies engagiert sich für Ausbildung und Lehre und möchte den Zugang zu firmeneigenem Material ermöglichen.

Diese Präsentation wurde von Agilent Technologies nur für Lehrzwecke erstellt. Möchten Sie Bilder, Schaubilder oder Zeichnungen für andere Zwecke verwenden, nehmen Sie bitte vorher Kontakt mit Agilent auf.

Inhaltsverzeichnis

Einführung

- [Einteilung](#)
- [Allgemein](#)
- [Chronik der frühen Entwicklungen](#)
- [Was wird gemessen?](#)

Elementspektroskopietechniken

- Atomabsorptionsspektroskopie
 - [Funktionsprinzip](#)
 - [Allgemeiner Aufbau](#)
 - [Lampe](#)
 - [Zerstäuber](#)
 - [System](#)
 - [Beispiele](#)

Elementspektroskopietechniken

- Atomemissionsspektroskopie
 - [Allgemein](#)
 - [MP-AES](#)
 - [ICP-OES](#)
 - [ICP-MS](#)
 - [Allgemeiner Aufbau](#)
 - [System](#)
 - [Beispiele](#)
- [Zusammenfassung](#)
- [Weitere Informationen](#)



Einführung

Einteilung

Die Spektroskopie ist ein weites Feld mit vielen Unterdisziplinen, die nach der analysierten Materialart eingeteilt werden können. Diese Präsentation behandelt die erste Kategorie, die **Elementspektroskopie**.

ATOME

Element-
spektroskopie

- AAS
- MP-AES
- ICP-OES
- ICP-MS

MOLEKÜLE

Molekül-
spektroskopie

- UV-VIS
- UV-VIS-NIR
- FTIR
- Fluoreszenz

KRISTALLE

• Röntgen-
kristallographie

KERNE

• Kern-
magnetische
Resonanz-
spektroskopie

Einführung

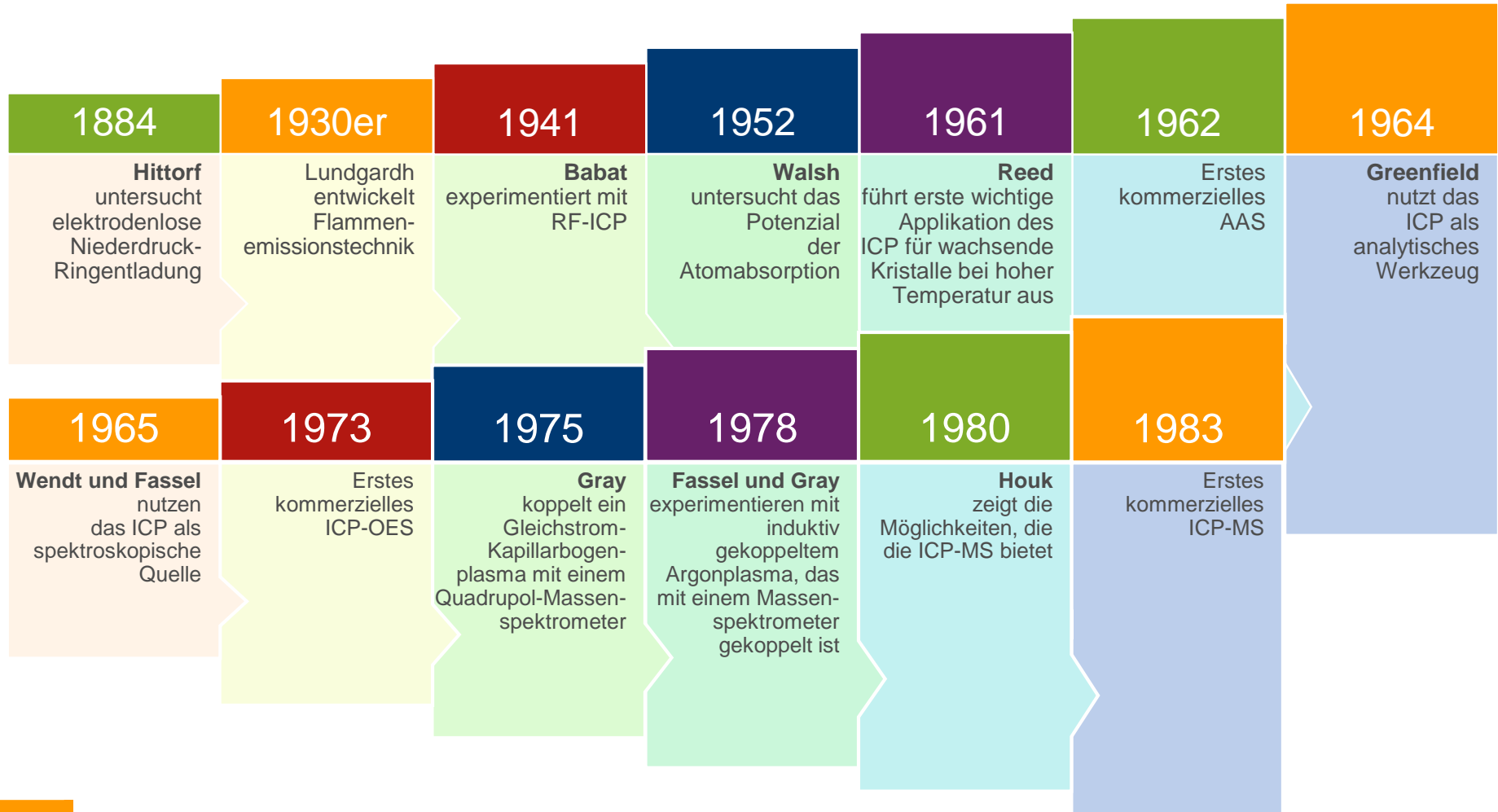
Allgemeines

Die Elementspektroskopie umfasst eine Reihe von analytischen Methoden zur Bestimmung der **Elementzusammensetzung** einer Probe durch Untersuchung ihres elektromagnetischen Spektrums oder Massenspektrums.

Elementspektroskopie	
Grundlage der Identifizierung	
Elektromagnetisches Spektrum	Massenspektrum
Atomabsorption <ul style="list-style-type: none">• Flammen-AAS• Graphitrohrfen-AAS• Hydrid/Kaltdampftechnik-AAS	
Atomemission <ul style="list-style-type: none">• MP-AES• ICP-OES• Röntgenfluoreszenz (XRF)	<ul style="list-style-type: none">• ICP-MS
Atominterferenz <ul style="list-style-type: none">• Röntgenbeugung (XRD)	

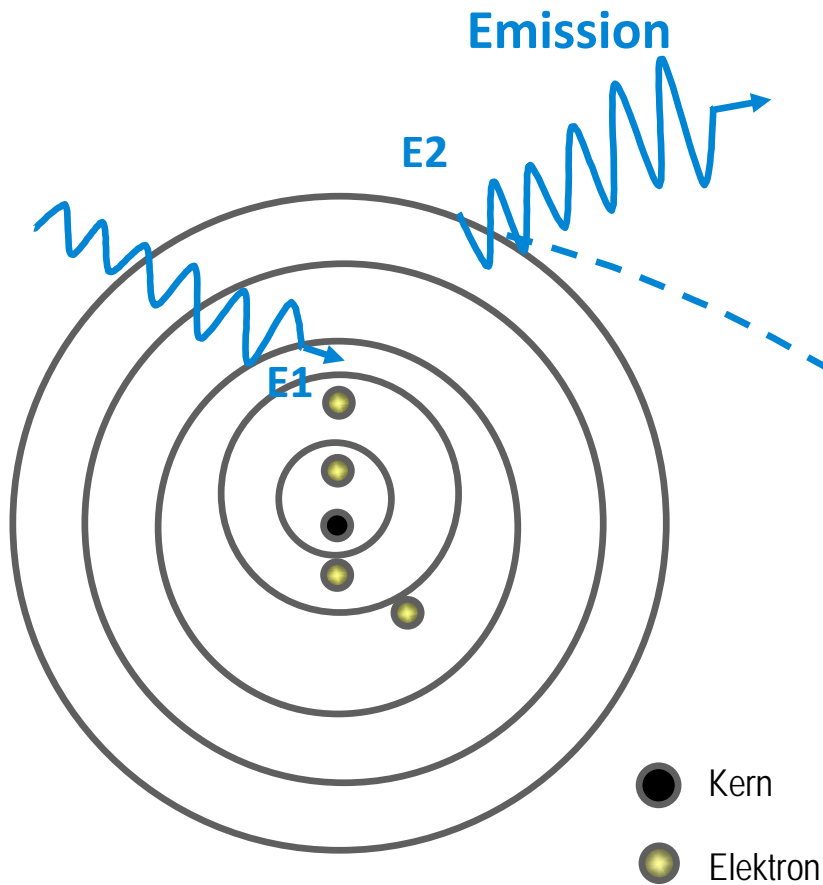
Einführung

Chronik der frühen Entwicklungen



Einführung

Was wird gemessen?



1. Die Absorption von Energie führt dazu, dass ein Elektron in ein höheres Energieniveau (E2) gelangt → **AA**
2. Das angeregte Elektron kehrt wieder in den Grundzustand zurück und emittiert Licht einer bestimmten Wellenlänge (Emission) → **MP-AES, ICP-OES**
3. Ist genug Energie vorhanden, verlässt das Elektron das Atom ganz und lässt ein positiv geladenes Ion zurück (Ionisation) → **ICP-MS**

Details in den Notizen

Atomabsorptionsspektroskopie

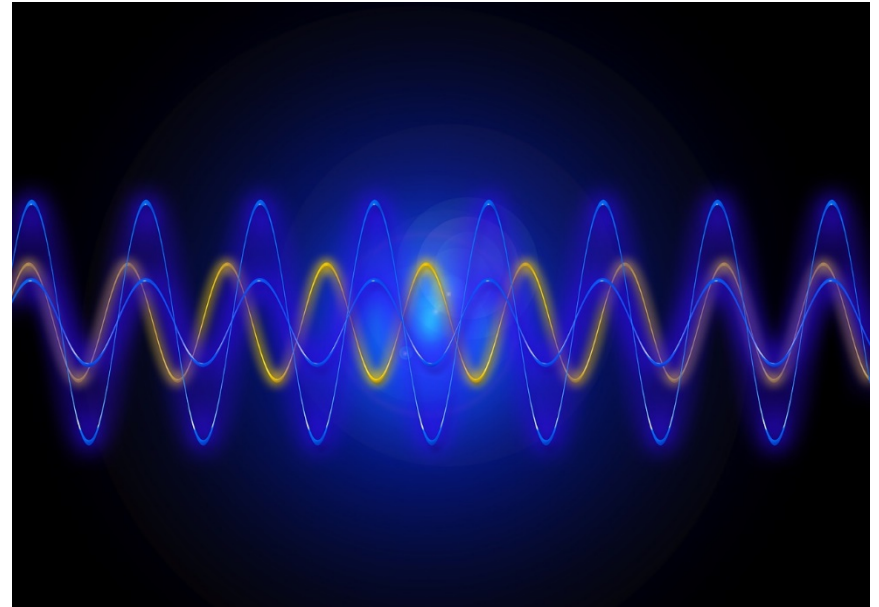
Funktionsprinzip

Atomabsorptionsspektroskopie(AAS)-

Methoden beruhen auf der Tatsache, dass ein atomisiertes Element Licht einer charakteristischen Wellenlänge absorbiert, wodurch es vom Grundzustand in einen angeregten Zustand gehoben wird.

Die absorbierte Lichtenergiemenge ist proportional zur Anzahl der Analytatomme im Strahlengang.

Die Methode wird kalibriert, indem bekannte Konzentrationen des Analytatoms in den Strahlengang eingeführt werden und die Absorption gegen die Konzentration aufgetragen wird.



Atomabsorptionsspektroskopie

Allgemeiner Aufbau



- Die Lampe emittiert Licht für das zu analysierende Element
- Der Zerstäuber verwandelt eine flüssige Probe in freie Atome, die Energie des Lichts der Lampe absorbieren
- Der Monochromator wählt die für die Messung verwendete Wellenlänge aus
- Der Detektor misst das von den freien Atomen absorbierte Licht

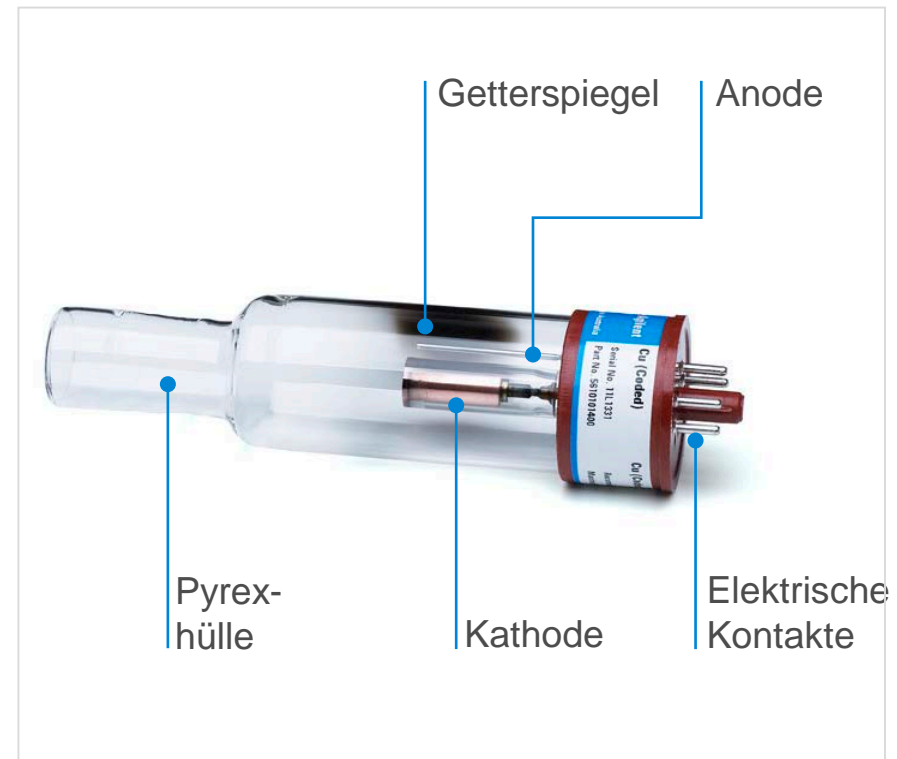
Atomabsorptionsspektroskopie

Lampe

Die Lichtquelle, die in der Atomabsorption hauptsächlich verwendet wird, ist die Hohlkathodenlampe (HKL).

Üblicherweise ist jede Lampe für die Analyse eines einzigen Elements bestimmt, wobei jedoch in manchen Fällen einige Elemente in einer Lampe kombiniert werden können.

Aufgrund dieser Einschränkung wird die Atomabsorption üblicherweise für die Analyse entweder eines einzigen Elements oder für eine kleine Anzahl an Elementen verwendet.



Typischer Aufbau einer Hohlkathodenlampe

Details in den Notizen

Atomabsorptionsspektroskopie

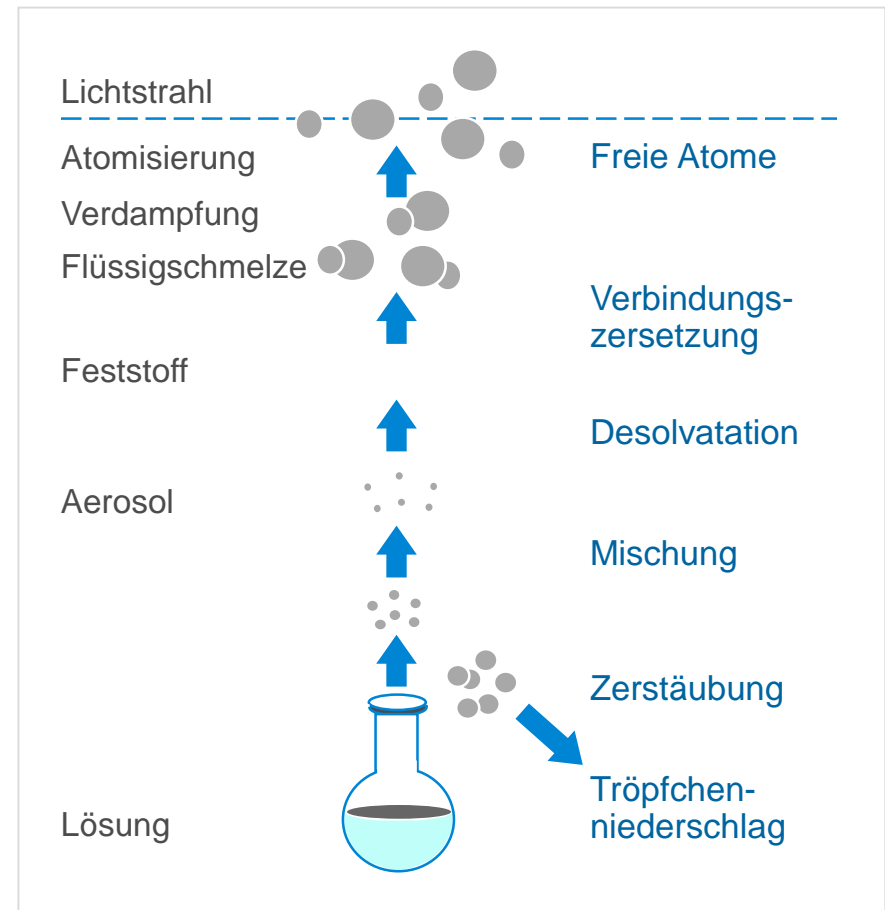
Zerstäuber

Die Atomisierung ist der Prozess, der eine flüssige Probe in freie Atome verwandelt.

Die Abbildung zeigt die verschiedenen Stadien, die während der Atomisierung durchlaufen werden. Zu Beginn wird eine Lösung des Elements hergestellt.

Element M durchläuft verschiedene Stadien:

- Lösung: $MA_{flüssig}$ (Verbindung)
- Zerstäubung: $MA_{flüssig}$ (Verbindung)
- Desolvatation: MA_{fest} (A = Lösungsanion)
- Verdampfung: MA_{gas}
- Atomisierung: M^0
- Anregung: M^*
- Ionisation: M^+



Atomabsorptionsspektroskopie

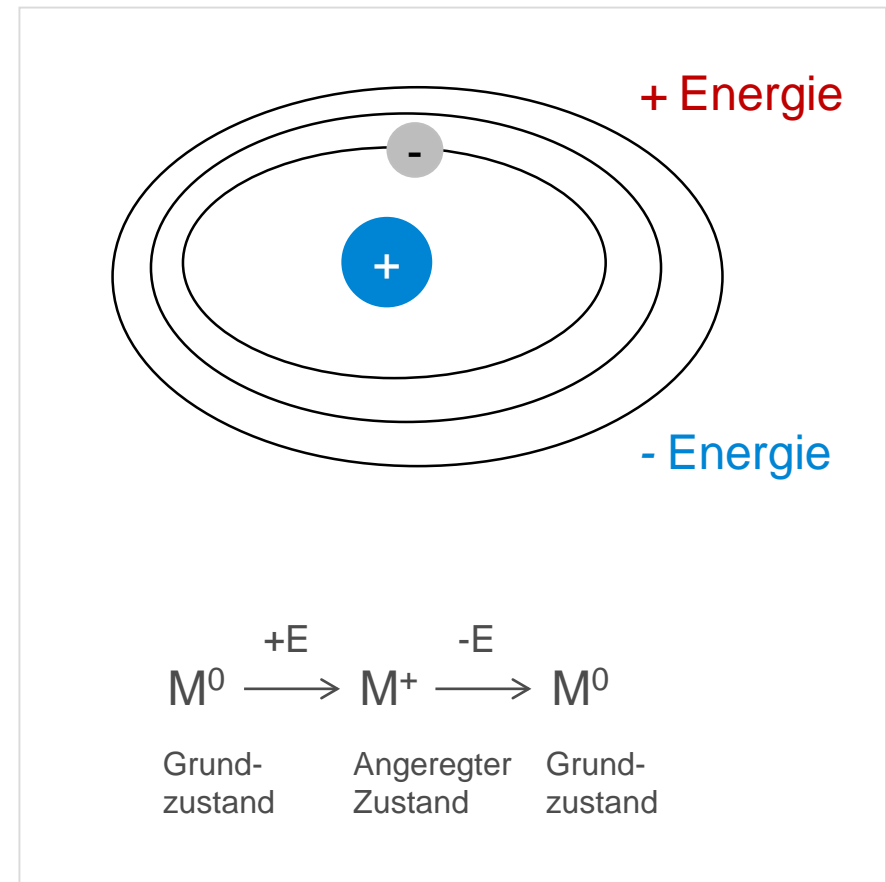
Zerstäuber

Atome können bestimmte Energiemengen absorbieren:

- Wärme
- Licht bei bestimmten Wellenlängen

Ein Elektron kann von einem Energieniveau in ein anderes übergehen

- Ein Atom kann Energie aufnehmen (Absorption) oder abgeben (Emission).
- Das Atom wird „angeregt“
- Bei der Anregung geht ein Elektron von einer inneren „Umlaufbahn“ (niedrigere Energie) auf eine äußere „Umlaufbahn“ (höhere Energie) über.

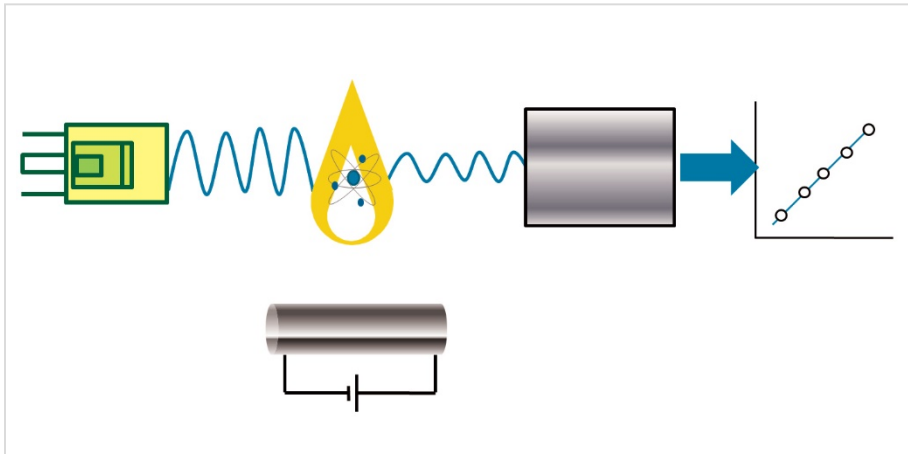


Atomabsorptionsspektroskopie

Flammen-AAS-Zerstäuber

Bei der **Flammen-AAS (FAAS)** wird eine flüssige Probe vorbereitet und in die Flamme zerstäubt.

Das grundlegende Merkmal dieser Methode ist die Atomisierung, die in der Flamme stattfindet.



Schematische Darstellung eines Flammen- oder Graphitrohrfurnen-Atomabsorptionsspektrometer-Systems

Flammen-AAS

Vorteile

- Kurze Analysendauer möglich
- Gute Präzision
- Einfach zu bedienen
- Kostengünstig

Einschränkungen

- Empfindlichkeit
- Dynamischer Bereich
- Erfordert Brenngas
- Unbeaufsichtigter Betrieb ist aufgrund des Brenngases nicht möglich
- Darf keine zu hohe Salzfracht enthalten

Quelle: [Atomic spectroscopy applications in the contract environmental laboratory \(Elementspektroskopie-Applikationen in Auftragslabors für Umweltanalytik\)](#)

Atomabsorptionsspektroskopie

Graphitrohren-AAS-Zerstäuber

Die Auflösung der Probe in eine flüssige Form ist in den meisten Fällen erforderlich.

Die Probe wird in ein Graphitrohr injiziert und elektrothermisch in verschiedenen Stufen aufgeheizt, um den Analyten zu atomisieren.

In der Graphitrohren-Atomabsorptionsspektroskopie (GFAAS) erfolgt die Atomisierung in drei Stufen:

- Trocknung
- Veraschung
- Atomisierung

Die Graphitrohrentechnik ist eine alternative Methode zur herkömmlichen Flammen-AAS und bietet zusätzliche Vorteile.

Graphitrohren

Vorteile

- Hohe Empfindlichkeit, da
 - gesamte Probe gleichzeitig zerstäubt wird
 - freie Atome länger im Strahlengang bleiben
- Geringeres Probenvolumen
- Ultrapurenanalyse möglich
- Kann unbeaufsichtigt laufen, sogar über Nacht

Einschränkungen

- Sehr langsam
- Es können weniger Elemente analysiert werden
- Schlechtere Präzision
- Mehr chemische Interferenzen (im Vergleich zur Flammen-AAS)
- Methodenentwicklung erfordert besondere Fertigkeiten
- Standard-Additionskalibrierung häufiger erforderlich (im Vergleich zu Flammen-AAS)
- Teure Verbrauchsmaterialien (Graphitrohre)

Atomabsorptionsspektroskopie

Graphitrohrföfen-AAS-Zerstäuber

Das Graphitrohr befindet sich in dem Bauteil, das Inertgas liefert und das Rohr erhitzt, um anschließend die Probe zu desolvatisieren und zu atomisieren.



Atomabsorptionsspektroskopie

Elementabdeckung in der AAS

H	Nur Flammen-AAS																He	
Li	Be	Flamme und Graphitrohr										B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Mo	No	Lr		

Atomabsorptionsspektroskopie

Andere Zerstäuber

Hydriderzeugungstechnik

Geeignet für Elemente, die flüchtige Hydride bilden (As, Sn, Bi, Sb, Te, Ge und Se), wenn sie mit einem Reduktionsmittel wie z. B. Natriumborhydrid reagieren.

Vorteile

- Trennung bestimmter Elemente als Hydride, was Matrixinterferenzen eliminieren kann
- Gute Empfindlichkeit aufgrund von 100 % Probenerfassungseffizienz
- Gute Präzision
- Schneller als Graphitrohrföfen-AAS

Einschränkungen

- Auf bestimmte Elemente beschränkt
- Einige chemische Störungen
- Erfordert besondere Probenvorbereitung (Analyt muss in eine bestimmte Oxidationsstufe gebracht werden)

Kaltdampftechnik

Wird speziell für Quecksilber verwendet, das bei Umgebungstemperatur über einen ausreichenden Dampfdruck verfügt und durch ein starkes Reduktionsmittel wie z. B. Natriumborhydrid oder Zinn-(II)-chlorid zum Element reduziert werden kann.

Vorteile

- Eliminiert viele Matrixinterferenzen
- Gute Empfindlichkeit aufgrund von 100 % Probenerfassungseffizienz
- Gute Präzision
- Schneller als Graphitrohrföfen-AAS

Einschränkungen

- Auf Quecksilber beschränkt
- Quecksilber muss in Lösung stabilisiert werden

Atomabsorptionsspektroskopie System



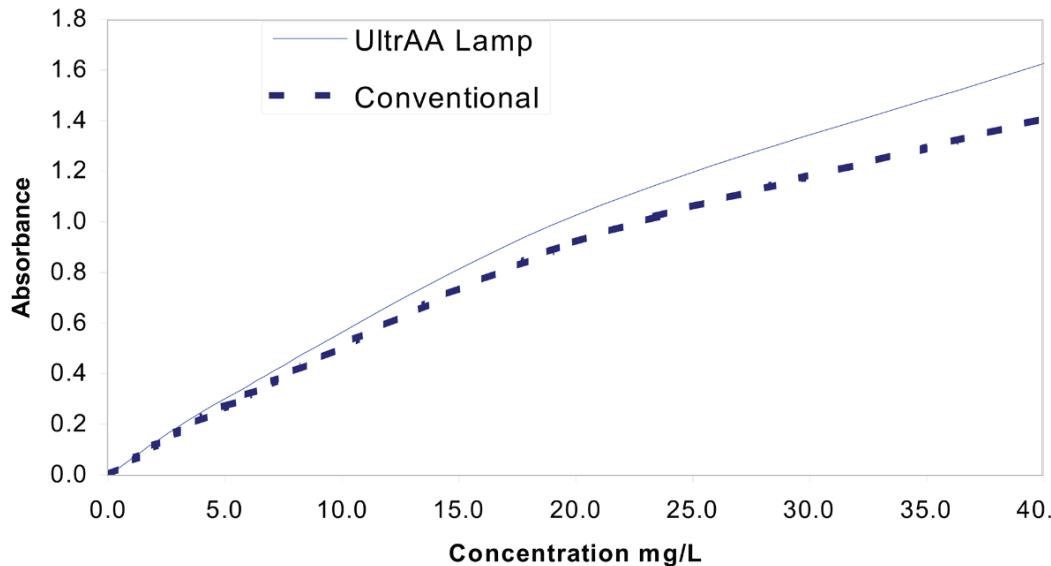
Wichtige Applikationen

- Bestimmung von Spurenmetallen/Verunreinigungen in Öl, Pflanzen, Wasser
- Elementanalyse in Flüssigkeiten, Wasser, Böden, Lebensmitteln, Serum, Halbleitermaterialien
- Und viele mehr

Beispiel

Flammen-AAS: Bestimmung geringer Goldkonzentrationen in Erzen

Verwendete Wellenlänge (nm)	Charakteristische Konzentration (mg/l)	Nachweisgrenze (mg/l)
242,8	0,079	0,0054
267,6	0,14	0,0098



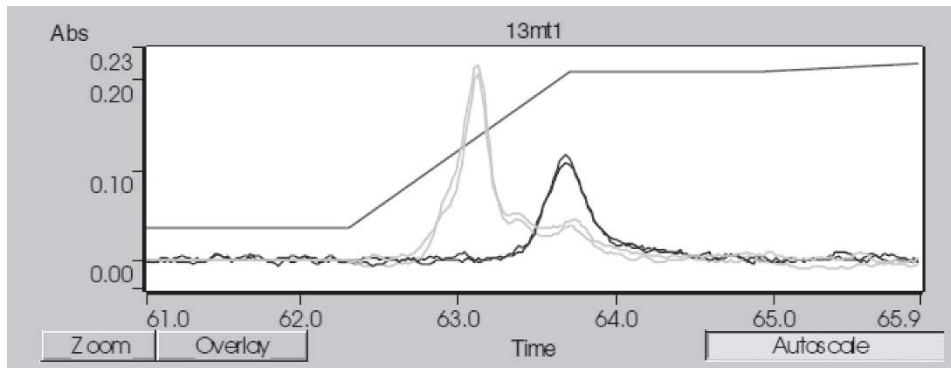
Flammen-AAS-Ergebnisse
für Au in Erzen

Quelle: [Extending the Analytical Range for Gold Using Agilent UltrAA Lamps](#)

Beispiel

GF-AAS: Bestimmung von Cd, Cu, Pb, Co und Ni in wirbellosen Meerestieren

Element	Measured limits of detection (mg/kg) (dry weight)	Tort-2; lobster hepatopancreas National Research Council Canada				CRM No 278R Mussel tissue: <i>Mytilus edulis</i> ; Community Bureau of Reference			
		Measured	n	Certified value	% Recovery	Measured	n	Certified value	% Recovery
Cd	0.10	25.7 ± 0.92	45	26.7 ± 0.6	96	0.31 ± 0.01	54	0.348 ± 0.007	90
Cu	3.5	109 ± 4	50	106 ± 10	103	9.1 ± 0.4	53	9.45 ± 0.13	96
Pb	0.32	0.36 ± 0.04	47	0.35 ± 0.13	103	1.8 ± 0.1	51	2.00 ± 0.04	91
Co	0.13	0.55 ± 0.02	49	0.51 ± 0.09	107	0.34 ± 0.01	56	n/a	n/a
Ni	0.39	2.30 ± 0.05	49	2.5 ± 0.19	92	0.94 ± 0.04	52	n/a	n/a



Signalgrafik für Ni in Muschelgewebe CRM 786 R

Quelle: [Sequential Determination of Cd, Cu, Pb, Co and Ni in Marine Invertebrates by Zeeman GFAAS](#)

Beispiel

Hydriderzeugungs-AAS: Bestimmung von As, Sb und Se

Probenvorbereitung für As und Sb

Gemeinsame Probenvorbereitung für beide Elemente:

5 ml Probe in einen 50-ml-Messkolben geben, 25 ml HCl zugeben.

- Mischen und kühlen. 5 ml 20 %igen Harnstoff zugeben.
- Mischen und kühlen. 2,5 ml 20 %iges KI zugeben.
- Bis zur Markierung mit deionisiertem Wasser auffüllen.
- Nach 30 Minuten auf As und Sb analysieren.

Probe	Konz. (ppb)	% RSD	Mittlere Ext.
Leerwert	0,0		0,008
Standard 1	2,0	2,0	0,062
Standard 2	5,0	0,9	0,148
Standard 3	10,0	0,6	0,262
Standard 4	20,0	1,0	0,455
Standard 5	40,0	0,4	0,70

Probenvorbereitung und typische Kalibrierdaten für As mittels Hydriderzeugung

Quelle: [Determination of As, Sb and Se in Difficult Environmental Samples by Hydride Generation](#)



Atomemissionsspektroskopie

Allgemeines

Aufgrund der Einschränkungen bei der AAS sind Methoden zum Einsatz gekommen, die nicht für jedes Element spezielle Lampen benötigen. Diese Methoden, auch **Atomemissionsspektroskopie (AES)** genannt, basieren auf der Tatsache, dass ein Atom eines bestimmten Elements, sobald es angeregt ist (wie bei der Atomabsorption), Licht mit einem charakteristischen Muster an Wellenlängen emittiert (ein Emissionsspektrum), wenn es in den Grundzustand zurückkehrt.

Die Flamme ist keine ideale Anregungsquelle für die Atomemission. Daher werden heißere Quellen verwendet.

Hier werden folgende Methoden behandelt:

- Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie (MP-AES)
- Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)

Atomemissionsspektroskopie

Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie

Stickstoffplasma wird verwendet, um die Atome in der flüssigen Probe, die im Plasma zerstäubt wurde, zu desolvatisieren, zu atomisieren und anzuregen.

Das Stickstoffplasma ist erheblich heißer (bis zu 5000 K) als die Luft-Acetylen-Flamme, die in der AAS verwendet wird.

Die Atomemission ist für die meisten Elemente relativ stark, was zu verbesserten Nachweismöglichkeiten und einem besseren linearen dynamischen Bereich im Vergleich zur Flammen-AAS für die meisten Elemente führt.

Die Intensität des emittierten Lichts wird mittels optischer Detektion bei den für die zu bestimmenden Elemente charakteristischen Wellenlängen gemessen.

MP-AES

Vorteile

- Sicher (kein Brenngas)
- Geringe Betriebskosten, da Stickstoff mithilfe eines Stickstoffgenerators aus Druckluft extrahiert werden kann
- Keine Lampe für die Analyse erforderlich
- Identifizierung und Quantifizierung fast aller Metalle und vieler Halbmetalle.
- Bessere Leistung als Flammen-AAS

Einschränkungen

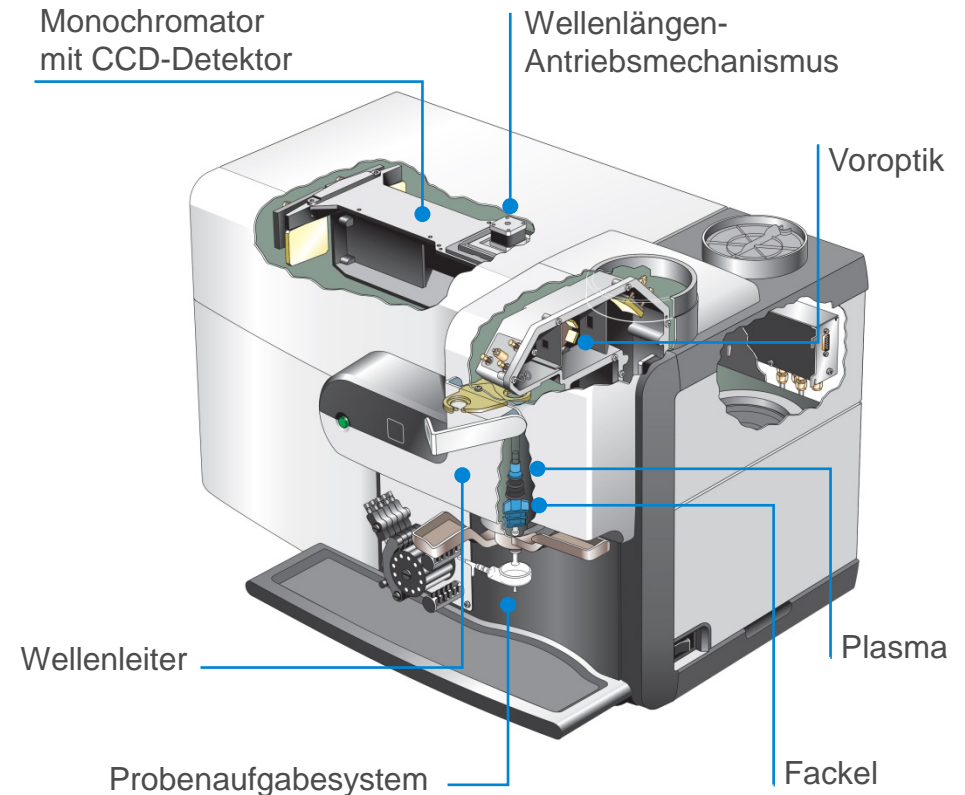
- Höhere Anfangskosten als bei AAS
- Mehr Störungen im Vergleich zur Flammen-AAS (einschließlich spektrale Störungen)
- Nicht so empfindlich wie Graphitrohrföfen-AAS oder ICP-MS
- Nicht so produktiv wie ICP-OES
- Keine Isotopenbestimmung



Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie System

Wichtige Applikationen

- Spurenelemente in geologischen Proben
- Metalle in Bodenextrakten
- Hauptelemente in Lebensmitteln und Getränken
- Analyse von Erdöl
- Analyse von Abwasser

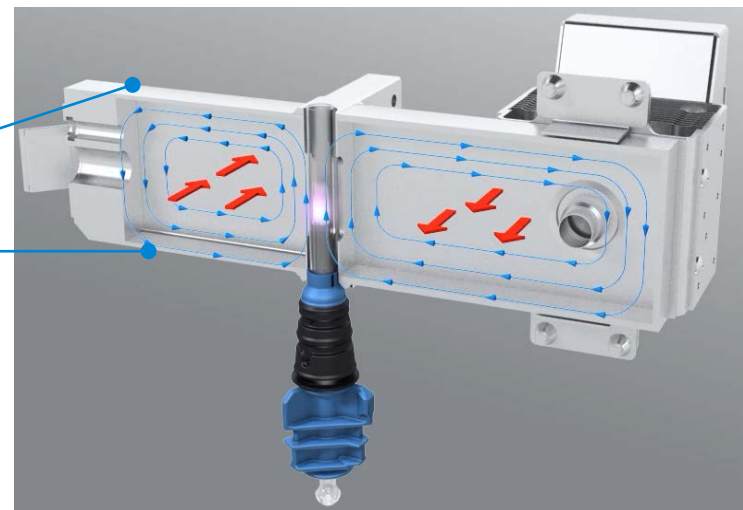


Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie

Wie funktioniert das?

Das Agilent MP-AES arbeitet mit Stickstoff, der aus der Luft mit einem Stickstoffgenerator gewonnen wird.

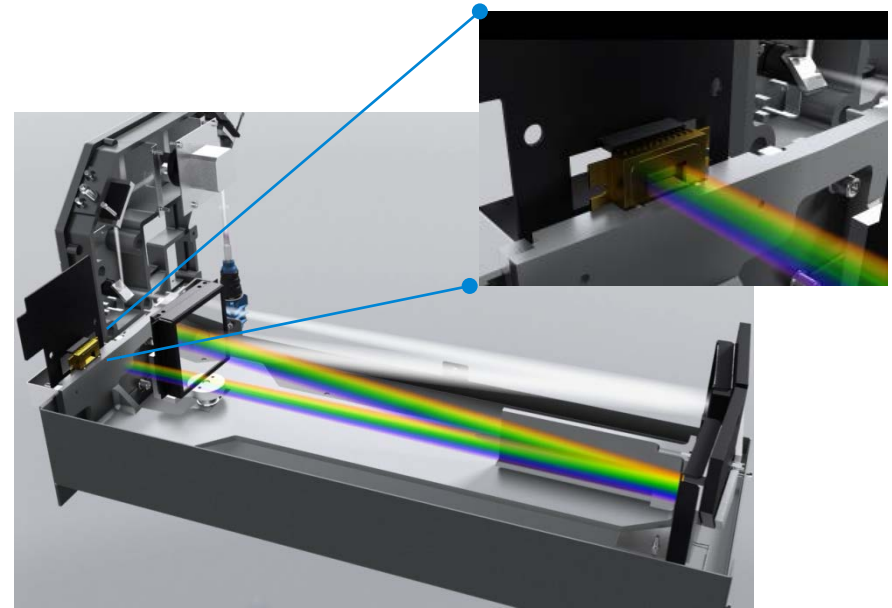
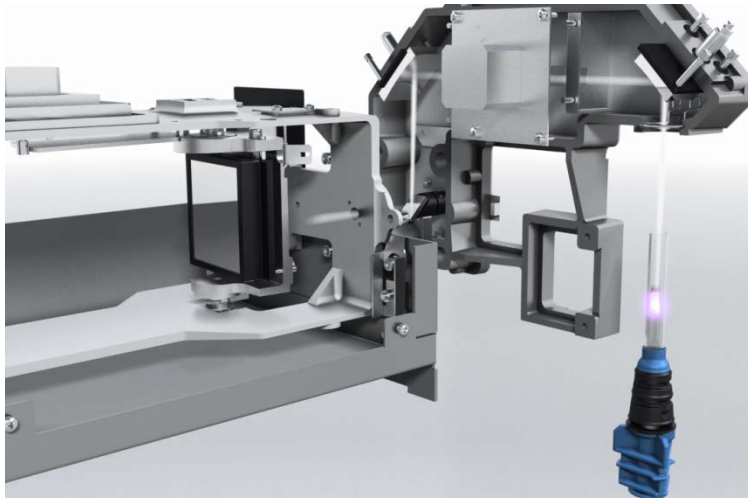
- Axiale magnetische und radiale elektrische Felder unterstützen das Stickstoffplasma
- Ein Probenaerosol wird in das Stickstoffplasma eingeführt



Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie

Wie funktioniert das?

- Die axiale Emission wird vom Stickstoffplasma in das schnell scannende Monochromator-Optiksystem geleitet
- Wellenlängen-spezifische Emissionen werden mit einem hocheffizienten CCD detektiert



Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie

Bestimmung von Nährstoffen in einer Bodenprobe (Multielementuntersuchungen)

	Cu		Fe		Mn		Zn	
Wellenlänge (nm)	324,754	324,7	259,94	372	257,61	280,1	213,857	213,9
Technik	MP-AES	F-AAS	MP-AES	F-AAS	MP-AES	F-AAS	MP-AES	F-AAS
Gemessene Konz. µg/g								
SSTD-Trail 1	1,44	1,42	7,76	8,44	24,26	26,22	0,64	0,62
SSTD-Trail 1	1,46	1,45	7,96	8,24	24,40	25,96	0,64	0,64
SSTD-Trail 1	1,44	1,42	8,08	8,64	23,70	26,50	0,62	0,58
Mittelwert µg/g	1,45	1,43	7,93	8,44	24,12	26,23	0,63	0,61
Standardabw.	0,01	0,02	0,16	0,20	0,37	0,27	0,01	0,03

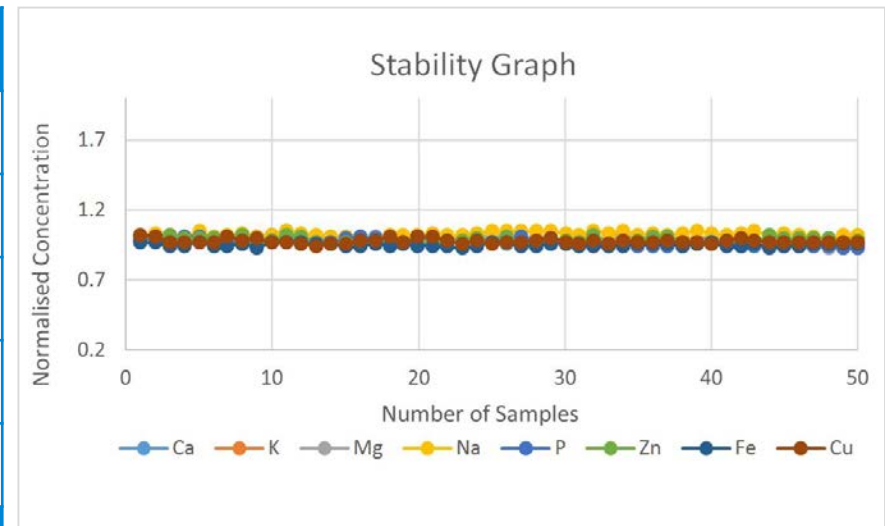
MP-AES-Ergebnisse für Cu, Fe, Mn und Zn in DTPA-Extraktion einer Bodenprobe, im Vergleich zu F-AAS

Quelle: [Determination of available nutrients in soil using the Agilent 4200 MP-AES](#)

Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie

Messung von Haupt- und Nebenelementen in Milch

Element	Zertifizierte Werte (g/kg)	Unsicherheit (g/kg)	Ergebnis (g/kg)	Wiederfindung (%)
Ca	13,9	0,7	14,21	102
K	17	0,8	16,66	98
Mg	1,26	0,07	1,31	104
Na	4,19	0,23	4,25	101
P	11	0,6	11,27	102
	Zertifizierte Werte (g/kg)	Unsicherheit (mg/kg)	Ergebnis (mg/kg)	Wiederfindung (%)
Zn	44,9	2,3	45,89	102
Fe	53	4	50,51	95
Cu	5	0,23	5,13	103



Bestimmung von Ca, K, Mg, Na, P, Fe, Zn und Cu in TMAH, Triton X-100, EDTA und Ionisationspuffer mithilfe des MP-AES 4200

Quelle: [Measuring major and minor elements in milk using the Agilent MP-AES 4200](#)

Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Funktionsprinzip

Ein induktiv gekoppeltes Argonplasma (heißer als MP, bis zu 10 000 K) wird verwendet, um die Atome in der flüssigen Probe, die im Plasma zerstäubt wurde, zu desolvatisieren, zu atomisieren und anzuregen.

Die Intensität des emittierten Lichts wird mittels optischer Detektion bei den für die zu bestimmenden Elemente charakteristischen Wellenlängen gemessen.

Die **ICP-OES** kann sowohl Atom- als auch Ionenemissionen messen, sodass mehr Wellenlängen beobachtet werden können

Diese Messungen können mit einem Standard verglichen werden, um die Konzentrationen der Elemente in der Probe zu quantifizieren.

ICP-OES

Vorteile

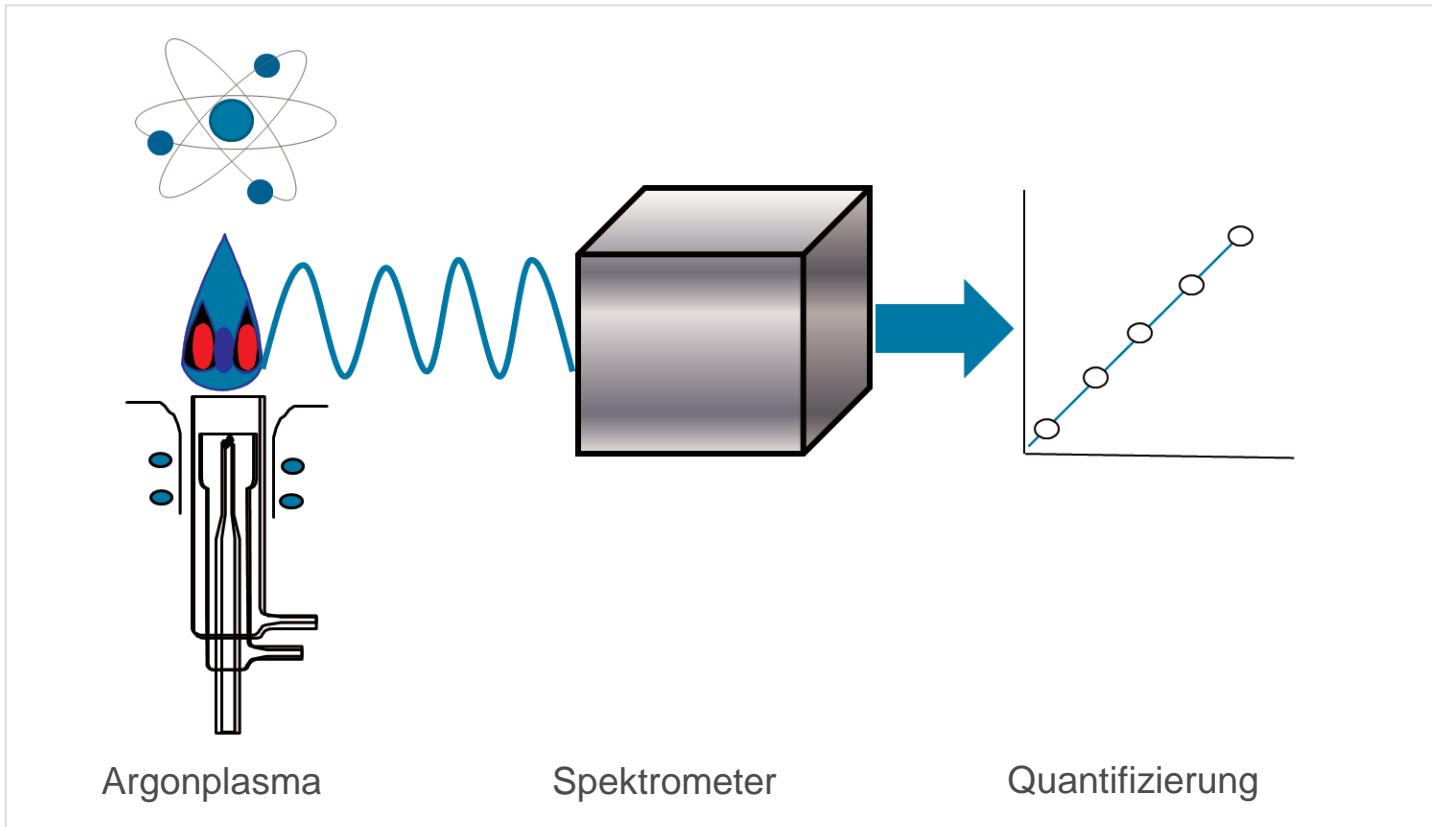
- Schnellster Probendurchsatz
- Simultane Multielementanalyse (bis zu 73 Elemente)
- Großer dynamischer Bereich (vom Sub-ppb- bis zum %-Bereich)
- Toleriert komplexe Matrices
- Geringer Argon-Gasverbrauch
- Sicher (kein Brenngas)

Einschränkungen

- Höhere Anfangskosten als bei AAS oder MP-AES
- Mehr spektrale Störungen im Vergleich zur MP-AES
- Nicht so empfindlich wie Graphitrohrföfen-AAS oder ICP-MS
- Keine Isotopenbestimmung

Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Allgemeiner Aufbau



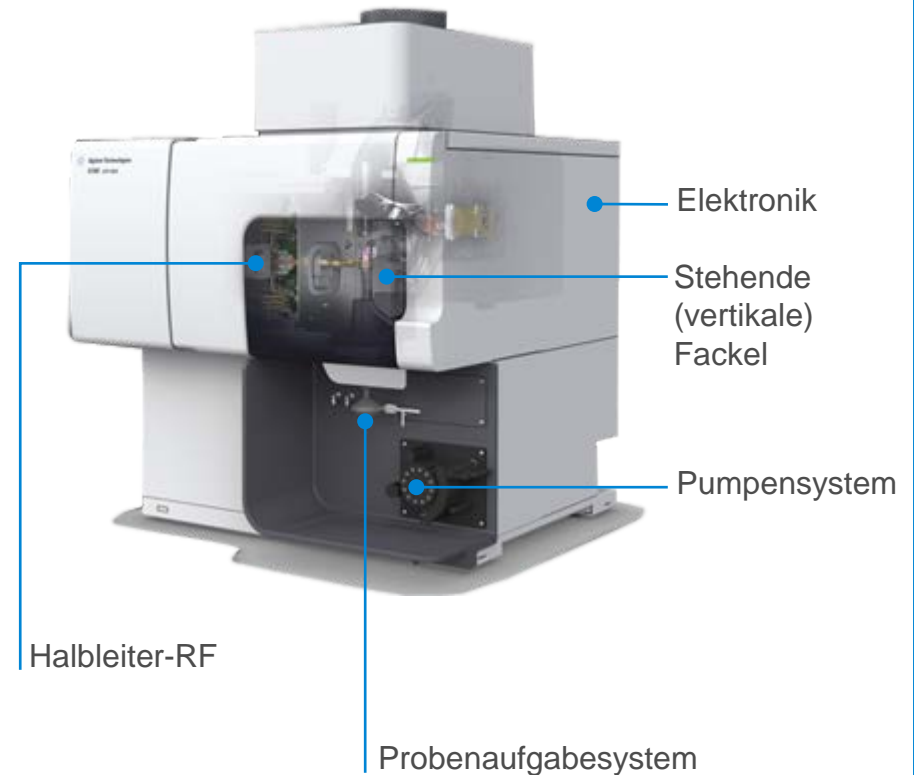
Die Plasmafackel kann axial oder radial beobachtet werden. Manche Dual View-Geräte erlauben die Beobachtung in beiden Richtungen, je nach durchgeführter Analyse. (Axiale Beobachtung ergibt längere Schichtdicke und dadurch größere Empfindlichkeit.)

Vereinfachte schematische Darstellung eines ICP-OES-Spektrometersystems

Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma System

Wichtige Applikationen

- Überwachung von Wasser/Abwasser/Feststoffabfall
- Bestimmung von Spurenelementen in Wasser
- Überwachung von Quecksilber in Umweltproben
- Quantitative Mehrelementanalysen von Wasser/Boden/Umweltsedimentproben
- Bodenanalyse – Analyse des Nährstoffgehalts (Landwirtschaft)
- Bestimmung von Edelmetallen und Gold



Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Analyse von Milchpulver

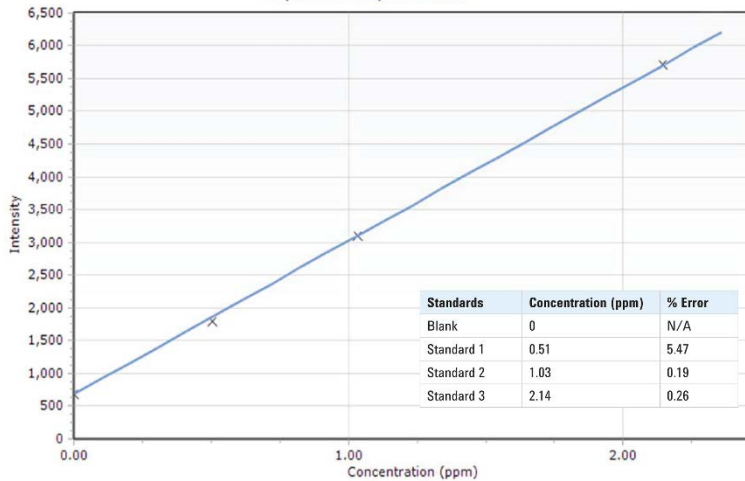
Element	Zertifizierter Wert (mg/kg)	Gemessener Wert (mg/kg)	Wiederfindung (%)
Hauptnährstoffe			
K 766,491	13630	13070	96
Ca 315,887	9220	9750	106
P 213,618	7800	7160	92
Na 589,592	3560	3530	99
S 181,792	2650	2650	100
Untergeordnete Nährstoffe und Spuren			
Mg 279,078	814	749	92
Zn 202,548	28,0	28,9	103
Sr 421,552	4,35	4,37	101
Fe 259,940	1,8	1,9	107
Cu 327,395	0,46	0,46	100
Mo 204,598	0,29	0,27	92
Mn 257,610	0,17	0,18	103

Analyse von NIST-
Milchpulver 8435 SRM
mithilfe des 5100
SVDV ICP-OES

Quelle: [Analysis of milk powders based on Chinese standard method using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES](#)

Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma Analyse von Biodiesel

P (213.618 nm) Calibration



Die Kalibrierungskurve für P, 213,618-nm-Linie, mit FBC-Untergrundkorrektur, zeigt ausgezeichnete Linearität im gesamten Kalibrierbereich mit einem Korrelationskoeffizienten von 0,99986.

Element	λ (nm)	Verwendete Untergrundkorrektur	Kalibrierungsbereich (mg/kg)	Korrelationskoeffizient	MDL (ppm)
Ca	422,673	Gefittet	0-2	0,99995	0,004
K	766,491	FACT	0-2	0,99996	0,008
K	766,491	Gefittet	0-2	0,99935	0,048
Mg	279,553	Gefittet	0-2	0,99994	0,0004
Na	588,995	FACT	0-2	0,99991	0,002
Na	588,995	Gefittet	0-2	0,99996	0,048
P	213,618	Gefittet	0-2	0,99996	0,013
S	181,972	Gefittet	0-2	0,99967	0,31

Wellenlängen und Kalibrierungsparameter des Agilent 5100 ICP-OES. Alle Ergebnisse sind in Lösungen gezeigt.

Quelle: [Analysis of biodiesel oil \(as per ASTM D6751 & EN 14214\) using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES](#)

Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Allgemeines

Die **ICP-MS** kombiniert zwei Vorteile:

1. Das induktiv gekoppelte Argonplasma ist eine äußerst effiziente Ionenquelle
2. Ein Massenspektrometer zum schnellen Scannen, mit hoher Ionentransmission und einer Massenauflösung bis auf eine Einheit

Der Hauptunterschied zur ICP-OES besteht in der Analyse von Atomionen. Die meisten Elemente haben das erste Ionisierungspotential bei 4 bis 10 eV und werden im induktiv gekoppelten Argonplasma effizient ionisiert.

Die Ionen werden in den Hochvakuumbereich zur Trennung und Detektion geleitet. Photonen und neutrale Spezies werden zurückgewiesen.

Das Massenspektrometer trennt die Ionen nach ihrem Verhältnis von Masse zu Ladung (m/z).

Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Allgemeines

Ein Elektronenvervielfacher-Detektor erzeugt für jedes Ion, das ihn erreicht, einen Impuls.

Da die Ladung eines einfach ionisierten Elements 1 beträgt, ist m/z gleich der Masse, sodass die ICP-MS die Elemente als ein einfaches Spektrum charakteristischer Atom(Isotopen)-Massen von ${}^6\text{Li}$ bis ${}^{238}\text{U}$ misst.

ICP-MS

Vorteile

- Technik mit größter Empfindlichkeit
- Multielementanalyse
- Isotopeninformation (Isotopenverhältnis, Isotopenverdünnungsanalyse)
- Großer dynamischer Bereich
- Toleriert komplexe Matrices

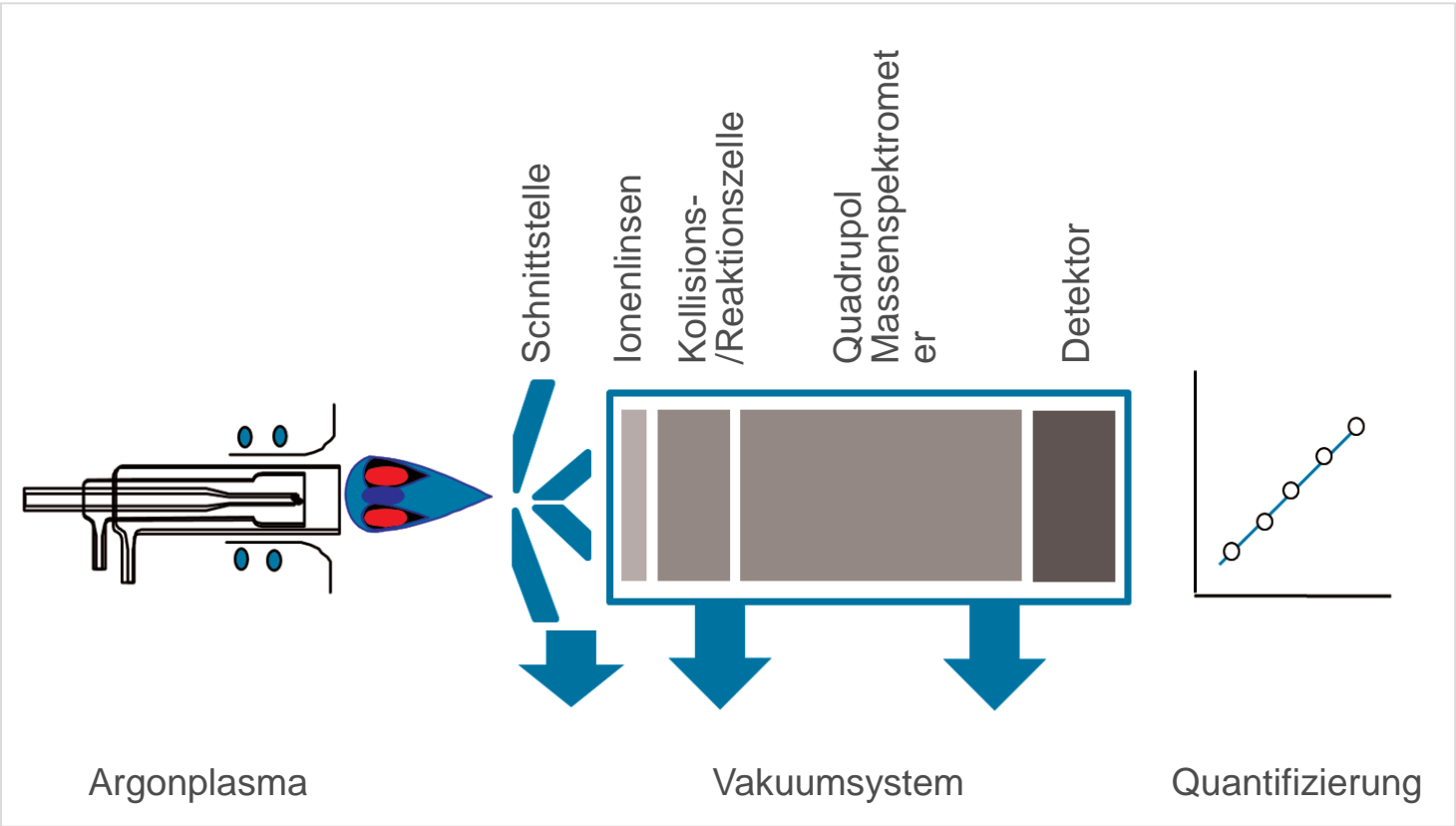
Einschränkungen

- Geringere Toleranz gegenüber der Matrix als bei ICP-OES
- Teuerste Methode (bei Anschaffungs- und Betriebskosten)
- Unterliegt isobaren Interferenzen



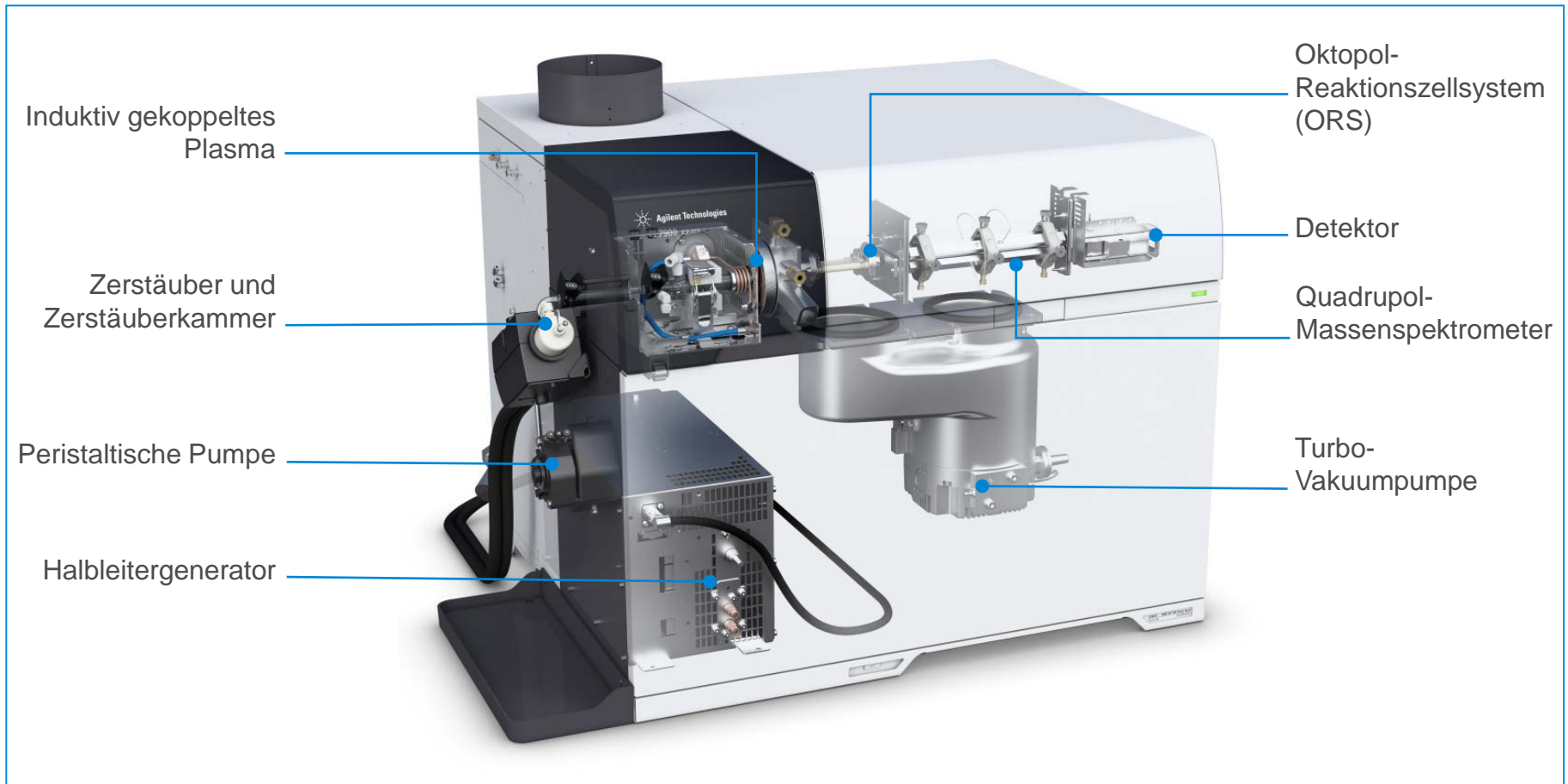
Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Allgemeiner Aufbau



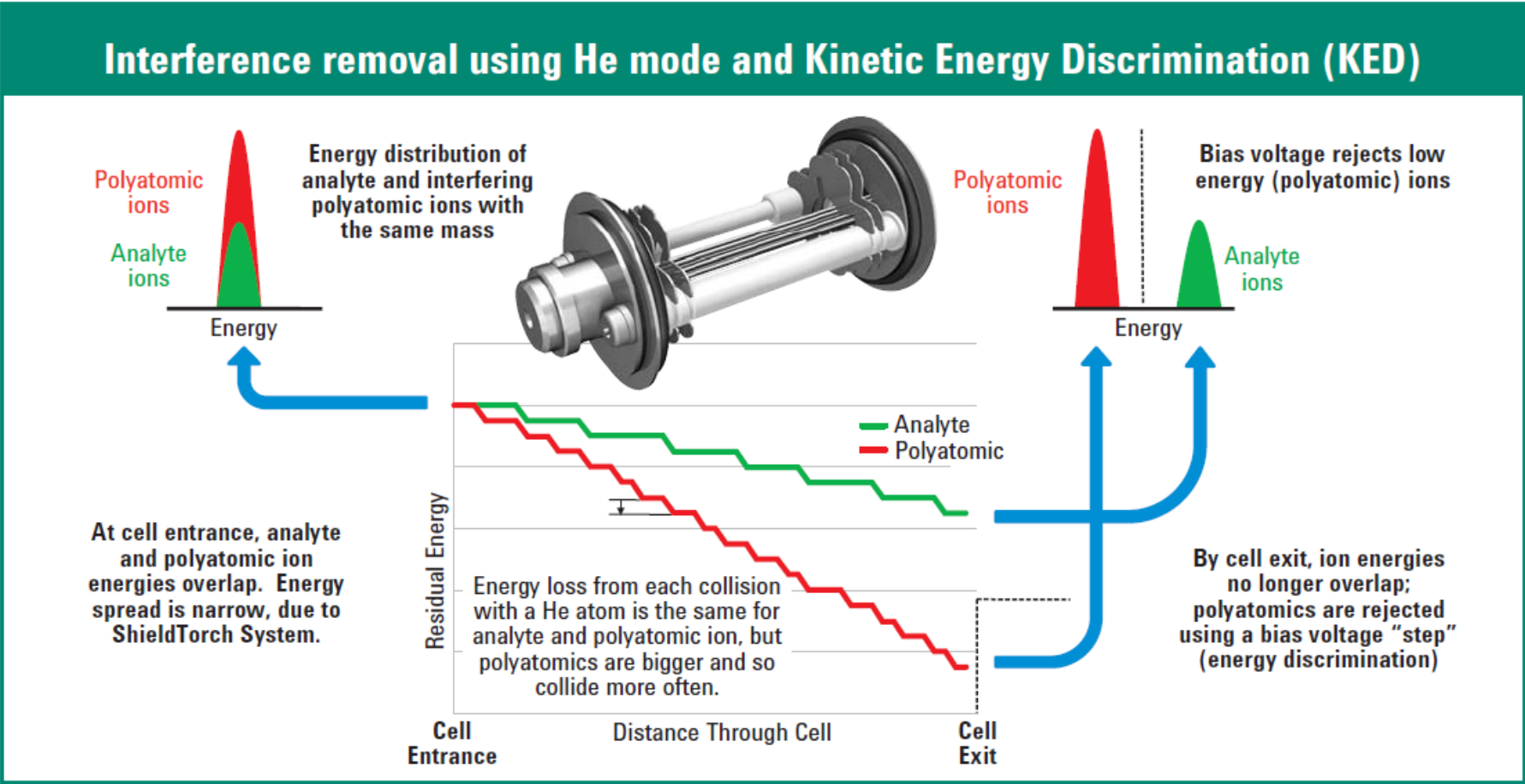
Vereinfachte schematische Darstellung der Hauptkomponenten eines Quadrupol-ICP-MS-Systems.

Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma System



Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Beseitigung spektraler Interferenzen mit dem Heliumkollisionsmodus



Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma ICP-MS als Detektor für die Chromatographie

Zusätzlich zu seiner Verwendung als eigenständiges Gerät in der Elementanalytik wird das ICP-MS immer häufiger als Detektor für eine Reihe von chromatographischen Trennmethode verwendet.

- Kapillarelektrophorese (CE)
- Feldflussfraktionierung (FFF)
- Ionenchromatographie (IC)
- Flüssigkeitschromatographie (HPLC)
- Gaschromatographie (GC)

In dieser Konfiguration trennt die erste Methode die unterschiedlichen Spezies (zeitlich) und die ICP-MS wird als massenselektiver Detektor eingesetzt, um das (die) Element(e) der zu untersuchenden Verbindung(en) in der Reihenfolge zu messen, wie sie aus dem Chromatographen eluieren.

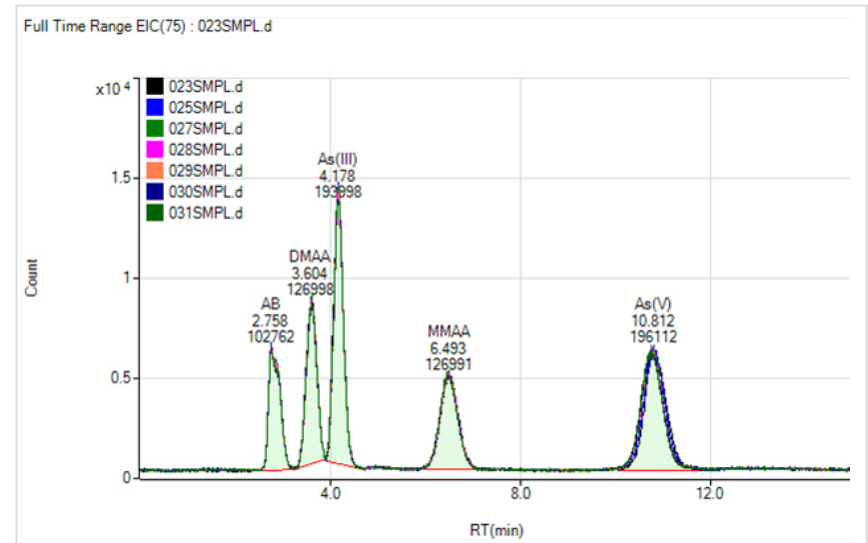
Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma Speziation mit LC-ICP-MS und GC-ICP-MS

Applikationsbeispiele für HPLC-ICP-MS:

- Anorganisches und organisches Arsen
- Organozinn
- Methylquecksilber

Beispiele für GC-ICP-MS:

- Pestizide
- Rückstände von Organophosphat-Nervenkampfstoffen
- PBDE
- Nanopartikel

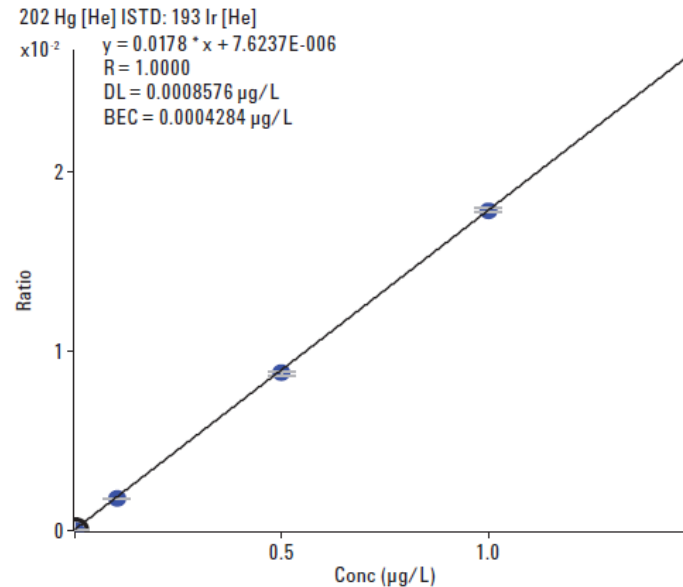
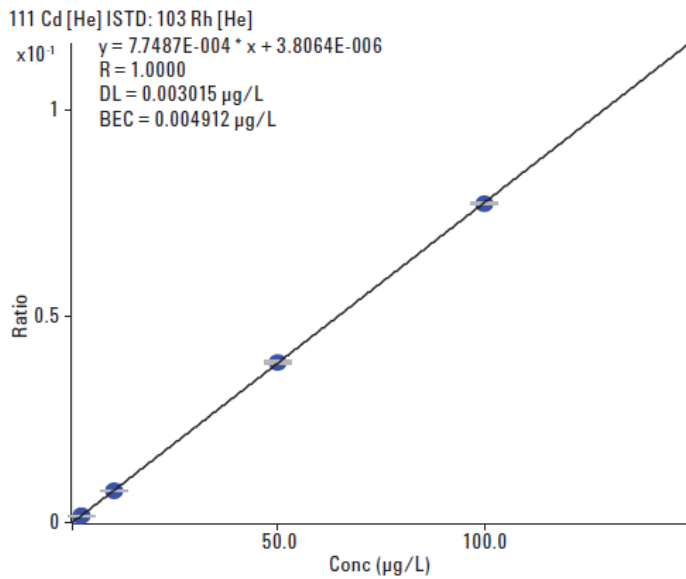


Sieben überlagerte Chromatogramme von mit 500 ng/l As-Standard versetztem Apfelsaft.



Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma Trinkwasseranalyse

Die meisten Industrieländer haben Richtlinien und Überwachungsprogramme eingeführt, um sicherzustellen, dass die Trinkwasserversorgung frei von potentiell schädlichen Chemikalien ist. Die schnelle Multielementmethode der ICP-MS wird häufig hierfür eingesetzt.

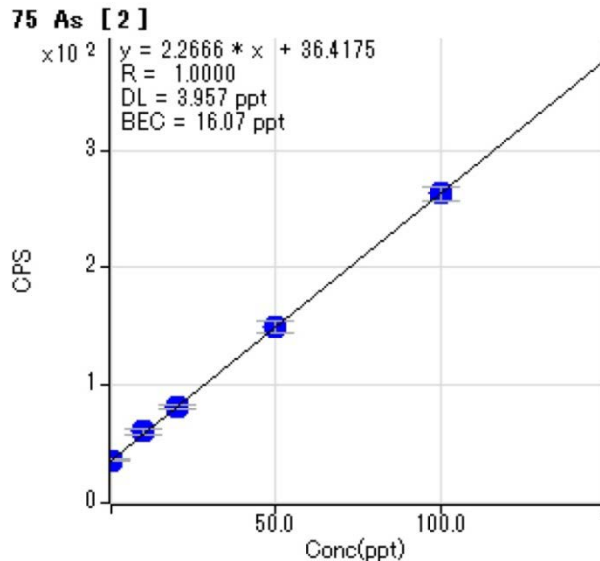


Kalibrierkurve
für Cd und Hg

Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Spurenanalyse von Metallverunreinigungen in hochreiner HCl

HCl wird häufig verwendet, um metallische Verunreinigungen auf der Oberfläche von Siliziumwafern zu entfernen. Der Fertigungsprozess von Halbleiterprodukten erfordert die Routineüberwachung von Verunreinigungen im Ultraspurenbereich in HCl.



As, das Interferenzen durch $ArCl^+$ unterliegt, kann im Spurenbereich gemessen werden.

Element	m/z	Modus	DL ppt	BEC ppt
Li	7	kalt	0,016	0,004
Be	9	kein Gas	0,13	0,11
B	11	kein Gas	4,5	9,7
Na	23	kalt	0,44	1,3
Mg	24	kalt	0,11	0,22
Al	27	kalt	0,79	1,1
K	39	kalt/ NH_3	0,40	0,50
Ca	40	kalt/ NH_3	1,1	2
As	75	He	4,0	16

Quelle: [Direct analysis of trace metallic impurities in high purity hydrochloric acid by Agilent 7700s ICP-MS](#)

Zusammenfassung Elementspektroskopietechniken

	AAS		MP-AES	ICP-OES	ICP-MS	
	F-AAS	GF-AAS			SQ	QQQ
Nachweisgrenzen	100-1000 ppb	10-1000 ppt	ppb – 10-100 ppb	100-1000 ppt-ppb	<ppt	<ppt
Messmodus	Sequentiell	Sequentiell	Sequentiell	Simultan	Sequentiell (MS)	Sequentiell (*MS/MS bei schwierigen Interferenzproblemen)
Maximale Probenanzahl/Tag	100-200 (~6 Elemente)	50-100 (~2 Elemente)	300-500 (~10 Elemente)	2000-2500 (mehr als 50 Elemente)	750-1000 (~50 Elemente)	500-750 (~50 Elemente)
Dynamischer Arbeitsbereich	3-4	2-3	4-5	7-8	10-11	9
Anforderung an die Kenntnisse des Anwenders	Gering	Mittel	Gering	Mittel	Hoch	Sehr hoch

Abkürzungen

Abkürzung	Definition
A	Extinktion
AAS	Atomabsorptionsspektroskopie
AES	Atomemissionsspektroskopie
b	Schichtdicke (cm)
c	Lichtgeschwindigkeit ($3 \times 10^8 \text{ ms}^{-1}$)
ϵ	Extinktionskoeffizient oder molare Absorption ($\text{l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)
E	oszillierendes elektrisches Feld
E	Energie
h	Plancksches Wirkungsquantum ($6,62 \times 10^{-34} \text{ Js}$)
I	ausgesandte Strahlung
I_0	einfallende Strahlung

Abkürzung	Definition
ICP-OES	optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma
ICP-MS	Atom-Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
SQ	Single Quadrupol-Massenspektrometrie
QQQ	Triple Quadrupol-Massenspektrometrie
M	oszillierende Magnetfelder
MP-AES	Mikrowellenplasma-Atomemissionsspektroskopie
T	Transmission
ν	Frequenz (s^{-1})
XRF	Röntgenfluoreszenz
XRD	Röntgenbeugung

Weitere Informationen

Weitere Informationen über Produkte von Agilent finden Sie unter: www.agilent.com oder unter www.agilent.com/chem/academia

Haben Sie Fragen oder Anregungen zu dieser Präsentation? Kontaktieren Sie academia.team@agilent.com

Publication	Title	Pub. No.
Primer	Atomic spectroscopy applications in the contract environmental laboratory	5991-5326EN
Application	Extending the analytical range for gold using UltrAA lamps	SI-A-1138
Application	Sequential Determination of Cd, Cu, Pb, Co and Ni in Marine Invertebrates by Zeeman GFAAS	SI-A-1361
Application	Determination of As, Sb and Se in Difficult Environmental Samples by Hydride Generation	SI-A-1299
Application	Determination of available nutrients in soil using the Agilent 4200 MP-AES	5991-5675EN
Application	Measuring major and minor elements in milk using the Agilent MP-AES 4200	5991-5959EN
Application	Analysis of milk powders based on Chinese standard method using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES	5991-4900EN
Application	Analysis of biodiesel oil (as per ASTM D6751 & EN 14214) using the Agilent 5100 SVDV ICP-OES	5991-5333EN
Application	Arsenic speciation analysis in apple juice using HPLC-ICP-MS with the Agilent 8800 ICP-QQQ	5991-0622EN
Application	Agilent 7900 ICP-MS simplifies drinking water analysis	5991-4938EN
Application	Direct analysis of trace metallic impurities in high purity hydrochloric acid by Agilent 7700s ICP-MS	5990-7354EN
Application Compendium	Agilent Speciation Handbook (2nd Edition)	5990-9473EN
Brochure	Atomic Spectroscopy Portfolio Brochure	5990-6443EN
Web	CHROMacademy – free access for students and university staff to online courses	
Videos & Images	www.agilent.com/chem/teachingresources	



Vielen Dank

Publikationsnummer 5991-6593DEE

 Inhalt

Nur für Lehrzwecke

March 7, 2016

46



Agilent Technologies

ACADEMIC
& INSTITUTIONAL
RESEARCH