

Analyse von Meeressedimenten und Klärschlamm mit dem PlasmaQuant MS

Einleitung

Zur Bewertung der potentiellen Ökotoxizität von Böden, Sedimenten und insbesondere Klärschlämmen ist die konstante Überwachung des Schwermetallgehalts notwendig. Die Wiederverwertung von Klärschlamm ist eng an Umweltvorschriften gebunden, sodass eine genaue Charakterisierung erforderlich ist. Industrieabwässer und -abfälle unterliegen ebenfalls strengen Vorschriften und müssen regelmäßig überprüft und charakterisiert werden. Die Bestimmung von schädlichen und toxischen Elementen in festen Materialien erfordert ein Aufschlussverfahren vor der Analyse. Je nach Probentyp, Matrixzusammensetzung und den Analyten variiert der Schwierigkeitsgrad der Probenvorbereitung. In dieser Arbeit wurde die Probenvorbereitung durch mikrowellenunterstützte saure Mineralisierung durchgeführt.

Herausforderung

Quantifizierung von Haupt-, Neben- und Spurenelementen in komplexer Probenmatrix.

Lösung

PlasmaQuant MS liefert zuverlässige, präzise und genaue Ergebnisse im Konzentrationsbereich von Spuren- bis Hauptelementen.

Insgesamt wurden 26 Haupt- (%), Neben- (ppm) und Spurenelemente (ppb) in drei zertifizierten Referenzmaterialien (CRM, zwei Klärschlämme: BCR-144R und CRM055, ein Meeressediment: PACS-2) bestimmt. Die erzielten Ergebnisse zeigen eine ausgezeichnete Übereinstimmung mit den zertifizierten Werten. Wiederfindungsraten in dotierten Proben von 90 % bis 104 %, eine Genauigkeit mit Z-Score Unsicherheiten zwischen -2,0 und +2,0 sowie eine Präzision von weniger als 5 % relativer Standardabweichung (RSD) beweisen die Robustheit der Methode und ihre Anwendbarkeit auf Umweltproben.

Material und Methode

Geräteparameter

Alle analytischen Arbeiten wurden unter Einsatz der im PlasmaQuant MS integrierten Kollisions-/Reaktionszelle (iCRC) durchgeführt, um potentiell entstehende polyatomare Interferenzen zu beseitigen. Die patentierte ReflexION Ionenoptik sorgt mit dem einzigartigen 90° Ionenspiegel für eine hohe Empfindlichkeit und somit für verbesserte Präzision und Genauigkeit aller Analysen. Der serienmäßige digitale Detektor (ADD) ermöglicht das Arbeiten in einem linearen dynamischen Bereich von elf Größenordnungen, ohne den Detektionsmodus zu ändern. Somit ist die Bestimmung der Haupt-, Neben- und Spurenelementkonzentrationen in einer Messung ohne die Notwendigkeit regelmäßiger Detektorkalibrationen möglich. Das ICP-MS-System wurde mit einem Autosampler ASPQ 3300 gekoppelt.

Alle Experimente wurden in einem analytischen Routinelabor (nicht unter Reinraum-Bedingungen) durchgeführt. Die Geräteeinstellungen einschließlich der Modi der integrierten iCRC, die Helium- und Wasserstoffgase zur Verminderung der spektroskopischen Interferenzen von Übergangsmetallen verwenden, sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Geräteeinstellungen – PlasmaQuant MS

| Parameter | Spezifizierung |
|---------------------------------|--|
| Plasmagasstrom | 9,0 l/min |
| Hilfsgasstrom | 1,10 l/min |
| Zerstäubergasstrom | 1,07 l/min |
| iCRC-Gas-Einstellung | kein Gas für ⁷ Li, ⁹ Be, ⁵⁹ Co, ⁶⁶ Zn, ⁹⁸ Mo, ¹⁰⁷ Ag, ²⁰⁶⁺²⁰⁷⁺²⁰⁸ Pb, ²³⁸ U He – 130 ml/min für ²³ Na, ³¹ P, ²⁴ Mg, ²⁷ Al, ³⁹ K, ⁴⁴ Ca, ⁵¹ V, ⁵² Cr, ⁵⁵ Mn, ⁶⁰ Ni, ⁶⁵ Cu, ⁸⁶ Sr, ¹¹⁴ Cd und ²⁰⁵ Tl H ₂ – 120 ml/min für ³³ S, ⁵⁴ Fe, ⁷⁵ As and ⁷⁸ Se |
| Leistung der Hochfrequenz | 1,20 kW |
| Haltezeit | 30 ms |
| Scans pro Wiederholung | 25 (Peak Hopping, 1pt/Peak) |
| Wiederholungen | 5 |
| Pumprate | 20 rpm – schwarz/schwarz PVC Pump Tubing (<1ml/min) |
| Fackel | Fassel Fackel mit 2.4mm Injektor |
| Konen | Ni-Sampler und Ni-Skimmer |
| Tiefe der Probennahme | 6,0 mm |
| Zerstäubertyp | MicroMis ^{STM} 0,4 ml/min (Quartz konzentrisch) |
| Ionenoptik | Auto-optimiert |
| Zerstäuberkammertyp | Quartz Glas Scott-Typ mit Peltier Kühlung |
| Temperatur der Zerstäuberkammer | 3 °C |
| Interne Standards | Sc, Y, Ge, Rh, In, Ir, Tb und Bi, 5 µg/l, Interpolationskorrektur |

Proben und Reagenzien

Die folgenden hochreinen Reagenzien wurden für alle Lösungen verwendet:

- Entionisiertes Wasser (>18.2 MΩ*cm, Millipore MiliQ)
- Salpetersäure Suprapur – 69 % (ROTIPURAN® Supra)
- Salzsäure Suprapur – 35 % (ROTIPURAN® Supra)

Probenvorbereitung

Die drei Referenzmaterialien wurden in einem Mikrowellenaufschluss-System unter Verwendung der in Tabelle 2 dargestellten Einstellungen aufgeschlossen. Nach dem Aufschluss wurden die Proben auf Umgebungstemperatur abgekühlt, mit entionisiertem Wasser auf 50 ml aufgefüllt und vor der Analyse durch eine Whatman-Membran filtriert. Danach wurden alle Proben 100-, 20- und 10-fach verdünnt. Da alle Proben zertifizierte Werte aufwiesen, wurde neben der Wiederfindungsrate in dotierten Proben auch der Z-Score zur Bewertung der Genauigkeit verwendet.

$$Z - score = \frac{(x - \mu)}{\delta}$$

Wobei x für den erhaltenen Mittelwert, μ für den Referenzwert und δ für die Unsicherheit des Referenzwertes steht.

Hinweis: Ein Z-Score zeigt an, wo der Wert auf der Kurve einer Normalverteilung liegt. Ein Z-Score von 0 beschreibt ein Ergebnis, das genau dem zertifizierten Durchschnittswert entspricht, während ein Z-Score von +3,0 einen Wert beschreibt, der viel höher als der Durchschnitt ist. Ein Z-Score zwischen -2,0 und +2,0 wird durch eine Normalverteilung mit 97,72 % definiert.

Tabelle 2: Parameter des Aufschlussverfahrens verwendet vom Mikrowellenaufschluss-System

| Parameter | Spezifizierung |
|-----------------------|---|
| Probenmenge | 0,5 g getrocknet und gesiebt |
| H ₂ O | 2 ml |
| HNO ₃ | 7,5 ml |
| HCl | 2,5 ml |
| Gefäß | PM60 |
| Aufheizphase 1 / Zeit | 140 °C / 5 min |
| Aufheizphase 2 / Zeit | 175°C / 5 min |
| Aufheizphase 3 / Zeit | 210 °C / 20 min |
| Abkühlphase / Zeit | 50 °C / 30 min |
| Endvolumen | 50 ml mit hochreinem H ₂ O vor der Analyse durch einen Whatman N°.42 filtriert |

Kalibrierung

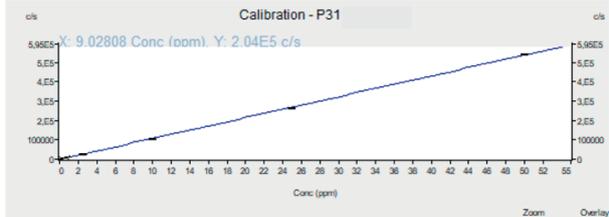
Die Methode wurde mit Multielementstandards mit Konzentrationen von 0,5, 5, 25, 50, 250 und 500 µg/l für die Nebenelemente Li, Be, V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Se, Sr, Mo, Ag, Cd, Tl, Pb und U und mit Konzentrationen von 0,5, 1, 2,5, 10, 25, 50 mg/l für P, S, Na, K, Al, Ca, Mg und Fe kalibriert. Alle Lösungen wurden in 50 ml Kunststoffröhrchen von SARSTEDT unter Verwendung von 1 % HNO₃ hergestellt. Die Kalibrierungskurven in Abbildung 1 zeigen gute Beispiele für die Leistung des PlasmaQuant MS bei definierten Konzentrationsniveaus. Alle Kalibrierungen wurden mit Korrelationskoeffizienten von mehr als 0,9999 im getesteten Bereich gemessen.

Auswertung

Entsprechend der zu erwartenden Interferenzen für bestimmte m/z-Werte, wurden verschiedene Isotope unter Verwendung von Kollisionsgas (He) oder eines reaktiven Gases (H₂) mittels der iCRC-Technologie von Analytik Jena gemessen. Innerhalb einer Messung wurden alle Bedingungen mit Schaltzeiten von 30 Sekunden verwendet. Für die Datenaufzeichnung wurden fünf Mittelwerte aus jeweils fünfundzwanzig Scans berechnet, die für die Berechnung eines Mittelwertes inklusive Standardabweichung verwendet wurden.

Tabelle 3: Erwartete Interferenzen und verwendete iCRC-Gase

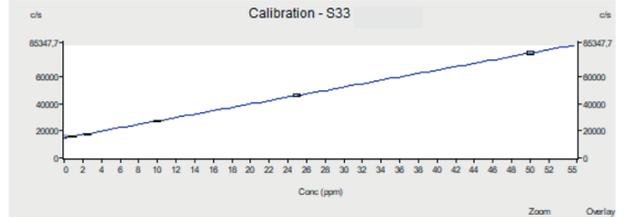
| Isotop | Erwartete Interferenz | iCRC-Modus |
|---------------------------|---|--------------------------------------|
| ⁷ Li | - | Kein Gas |
| ⁹ Be | - | Kein Gas |
| ²³ Na | - | He (durch hohe Konzentration/Signal) |
| ²⁴ Mg | - | He (durch hohe Konzentration/Signal) |
| ²⁷ Al | ¹¹ B ¹⁶ O | He |
| ³¹ P | ¹⁵ N ¹⁶ O | He |
| ³³ S | ¹⁷ O ¹⁶ O | H ₂ |
| ³⁹ K | ²³ Na ¹⁶ O | He |
| ⁴⁴ Ca | ²⁸ Si ¹⁶ O | He |
| ⁵¹ V | ³⁵ Cl ¹⁶ O | He |
| ⁵² Cr | ³⁶ S ¹⁶ O; ³⁶ Ar ¹⁶ O; ⁴⁰ Ar ¹² C | He |
| ⁵⁴ Fe | ³⁸ Ar ¹⁶ O | H ₂ |
| ⁵⁵ Mn | ³⁹ K ¹⁶ O | He |
| ⁵⁹ Co | - | Kein Gas |
| ⁶⁰ Ni | ⁴⁴ Ca ¹⁶ O | He |
| ⁶⁵ Cu | ⁴⁹ Ti ¹⁶ O | He |
| ⁶⁶ Zn | - | Kein Gas |
| ⁷⁵ As | ⁴⁰ Ar ³⁵ Cl | H ₂ |
| ⁷⁸ Se | ⁴⁰ Ar ³⁸ Ar | H ₂ |
| ⁸⁶ Sr | - | He (durch hohe Konzentration/Signal) |
| ⁹⁸ Mo | - | Kein Gas |
| ¹⁰⁷ Ag | - | Kein Gas |
| ¹¹⁴ Cd | ⁹⁸ Mo ¹⁶ O | He |
| ²⁰⁵ Tl | - | He (durch hohe Konzentration/Signal) |
| ²⁰⁶⁺²⁰⁷⁺²⁰⁸ Pb | - | Kein Gas |
| ²³⁸ U | - | Kein Gas |



P31 [He120] calibration (ppm), Cal Set 1, 2018-03-16 13:15:12

| Soln Type | c/s | SD(c/s) | %RSD | Std conc | calc conc | Err |
|-------------|--------|---------|------|----------|-----------|-------|
| Blindwert | 771 | 35,1 | 4,55 | 0,0000 | 0,1459 | 0,14 |
| Standard 7 | 5731 | 133,4 | 2,33 | 0,5000 | 0,6122 | 0,11 |
| Standard 8 | 10994 | 242,0 | 2,20 | 1,0000 | 1,0910 | 0,09 |
| Standard 9 | 26775 | 460,7 | 1,72 | 2,5000 | 2,4752 | -0,02 |
| Standard 10 | 110216 | 1905,6 | 1,73 | 10,0000 | 9,8754 | -0,12 |
| Standard 11 | 285141 | 4869,9 | 1,71 | 25,0000 | 24,5542 | -0,44 |
| Standard 12 | 596322 | 4425,6 | 0,74 | 50,0000 | 50,2461 | 0,24 |

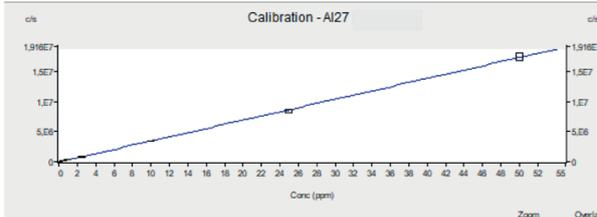
Curve Fit: Linear, Weighted Fit: No, Thru Blank: No
 Correlation Coefficient: 0,999924
 Limit of detection: 0,0097 ppm
 Limit of quantitation: 0,0325 ppm
 Blank Equivalent Concentration: 0,0714 ppm



S33 [H120] calibration (ppm), Cal Set 1, 2018-03-16 13:15:12

| Soln Type | c/s | SD(c/s) | %RSD | Std conc | calc conc | Err |
|-------------|-------|---------|------|----------|-----------|-------|
| Blindwert | - | - | 2,14 | - | - | - |
| Standard 7 | 15662 | 367,1 | 2,34 | 0,5000 | 0,6698 | 0,16 |
| Standard 8 | 16486 | 424,8 | 2,58 | 1,0000 | 1,0791 | 0,07 |
| Standard 9 | 18283 | 372,7 | 2,04 | 2,5000 | 2,3406 | -0,15 |
| Standard 10 | 28091 | 599,2 | 2,13 | 10,0000 | 9,9422 | -0,05 |
| Standard 11 | 47249 | 769,6 | 1,63 | 25,0000 | 24,9041 | -0,09 |
| Standard 12 | 78486 | 1542,5 | 1,97 | 50,0000 | 50,0642 | 0,06 |

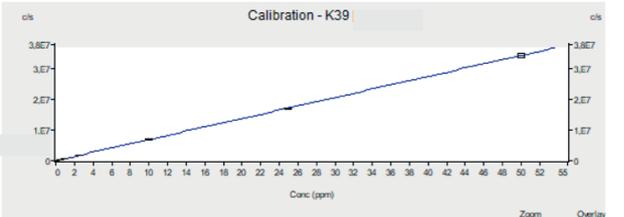
Curve Fit: Linear, Weighted Fit: No, Thru Blank: No
 Correlation Coefficient: 0,999980
 Limit of detection: 0,0000 ppm
 Limit of quantitation: 0,0000 ppm
 Blank Equivalent Concentration: 0,0000 ppm



Al27 [He] calibration (ppm), Cal Set 1, 2018-03-15 16:32:40

| Soln Type | c/s | SD(c/s) | %RSD | Std conc | calc conc | Err |
|-------------|---------|---------|-------|----------|-----------|-------|
| Blindwert | 165 | 165,5 | 100,1 | 0,0000 | 0,1114 | 0,11 |
| Standard 7 | 163382 | 4579,4 | 2,80 | 0,5000 | 0,6007 | 0,10 |
| Standard 8 | 328841 | 12543,3 | 3,81 | 1,0000 | 1,0704 | 0,07 |
| Standard 9 | 843893 | 25039,9 | 2,97 | 2,5000 | 2,5183 | 0,01 |
| Standard 10 | 3368622 | 80999,5 | 2,40 | 10,0000 | 10,0265 | 0,02 |
| Standard 11 | 8532291 | 244860 | 2,87 | 25,0000 | 24,3628 | -0,63 |
| Standard 12 | 1,730E7 | 646919 | 3,74 | 50,0000 | 50,3100 | 0,31 |

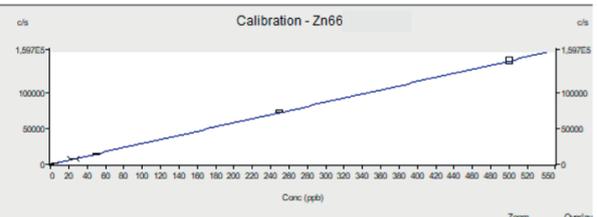
Curve Fit: Linear, Weighted Fit: No, Thru Blank: No
 Correlation Coefficient: 0,999874
 Limit of detection: 0,0014 ppm
 Limit of quantitation: 0,0048 ppm
 Blank Equivalent Concentration: 0,0005 ppm



K39 [He] calibration (ppm), Cal Set 1, 2018-03-15 16:32:40

| Soln Type | c/s | SD(c/s) | %RSD | Std conc | calc conc | Err |
|-------------|---------|---------|------|----------|-----------|-------|
| Blindwert | 61170 | 2229,4 | 3,64 | 0,0000 | 0,0312 | 0,03 |
| Standard 7 | 392455 | 9376,4 | 2,39 | 0,5000 | 0,5293 | 0,02 |
| Standard 8 | 746994 | 12953,2 | 1,73 | 1,0000 | 1,0293 | 0,02 |
| Standard 9 | 1817148 | 11543,6 | 0,64 | 2,5000 | 2,5152 | 0,01 |
| Standard 10 | 6978331 | 65502,7 | 0,94 | 10,0000 | 10,0761 | 0,07 |
| Standard 11 | 1,779E7 | 190868 | 1,07 | 25,0000 | 24,6717 | -0,32 |
| Standard 12 | 3,572E7 | 690824 | 1,93 | 50,0000 | 50,1473 | 0,14 |

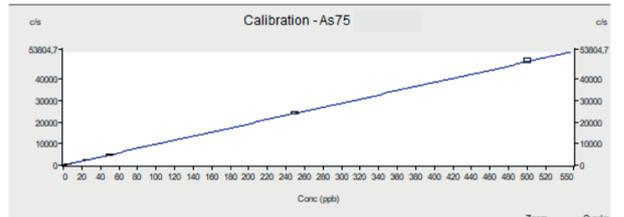
Curve Fit: Linear, Weighted Fit: No, Thru Blank: No
 Correlation Coefficient: 0,999967
 Limit of detection: 0,0097 ppm
 Limit of quantitation: 0,0323 ppm
 Blank Equivalent Concentration: 0,0887 ppm



Zn66 [He] calibration (ppb), Cal Set 1, 2018-03-15 15:47:59

| Soln Type | c/s | SD(c/s) | %RSD | Std conc | calc conc | Err |
|------------|--------|---------|-------|----------|-----------|-------|
| Blindwert | 30 | 15,6 | 52,86 | 0,0000 | 0,0461 | 0,04 |
| Standard 1 | 155 | 23,6 | 15,18 | 0,5000 | 0,4729 | -0,02 |
| Standard 2 | 1432 | 32,2 | 2,25 | 5,0000 | 4,8587 | -0,14 |
| Standard 3 | 7191 | 233,9 | 3,25 | 25,0000 | 24,5248 | -0,47 |
| Standard 4 | 14573 | 250,3 | 1,72 | 50,0000 | 50,1309 | 0,13 |
| Standard 5 | 72091 | 1424,1 | 1,98 | 250,0000 | 255,4548 | 5,45 |
| Standard 6 | 139326 | 4341,8 | 3,12 | 500,0000 | 505,4236 | 5,42 |

Curve Fit: Linear, Weighted Fit: Yes, Thru Blank: No
 Correlation Coefficient: 0,999984
 Limit of detection: 0,1631 ppb
 Limit of quantitation: 0,5438 ppb
 Blank Equivalent Concentration: 0,1029 ppb



As75 [H120] calibration (ppb), Cal Set 1, 2018-03-16 12:23:08

| Soln Type | c/s | SD(c/s) | %RSD | Std conc | calc conc | Err |
|------------|-------|---------|-------|----------|-----------|------|
| Blindwert | 16 | 3,8 | 23,85 | 0,000 | 0,011 | 0,0 |
| Standard 1 | 60 | 8,7 | 14,40 | 0,500 | 0,466 | -0,0 |
| Standard 2 | 476 | 32,2 | 6,77 | 5,000 | 4,805 | -0,1 |
| Standard 3 | 2342 | 59,2 | 2,53 | 25,000 | 24,437 | -0,5 |
| Standard 4 | 4771 | 116,2 | 2,44 | 50,000 | 49,856 | -0,1 |
| Standard 5 | 23749 | 504,9 | 2,13 | 250,000 | 251,396 | 1,3 |
| Standard 6 | 47838 | 1058,0 | 2,21 | 500,000 | 509,751 | 9,7 |

Curve Fit: Linear, Weighted Fit: Yes, Thru Blank: No
 Correlation Coefficient: 0,999980
 Limit of detection: 0,118 ppb
 Limit of quantitation: 0,394 ppb
 Blank Equivalent Concentration: 0,165 ppb

Abbildung 1: Kalibrierkurven für einige untersuchte Haupt- und Nebenelemente

Ergebnisse und Diskussion

Die Tabellen 4, 5 und 6 zeigen die Ergebnisse, die für die Referenzmaterialien BCR-144R (Klärschlamm), CRM055 (Klärschlamm 4) und PACS-2 (Meeressediment) erzielt wurden. Aufgeführt sind Mittelwerte der verschiedenen durchgeführten Verdünnungen, Standardabweichung (RSD), Wiederfindungsraten und der Z-Score.

Tabelle 4: Ergebnisse des BCR-144R Klärschlammes

| Isotop | Zertifizierter Wert [mg/kg] | Unsicherheit [mg/kg] | Mittelwert [mg/kg] | Absolute Standardabweichung [mg/kg] | RSD [%] | Wiederfindung [%] | Z-Score |
|---------------------------|-----------------------------|----------------------|--------------------|-------------------------------------|---------|-------------------|---------|
| ⁵² Cr | 104 | 3 | 98,7 | 0,67 | 0,67 | 95 | -1,8 |
| ⁵⁵ Mn | 208 | 3 | 210 | 2,5 | 1,2 | 101 | 0,67 |
| ⁵⁹ Co | 15 | 0,66 | 14,2 | 0,67 | 4,9 | 95 | -1,3 |
| ⁶⁰ Ni | 47,7 | 1,1 | 49,0 | 0,66 | 1,1 | 103 | 1,2 |
| ⁶⁵ Cu | 308 | 7 | 301 | 7,1 | 2,4 | 98 | -1,0 |
| ⁶⁶ Zn | 932 | 23 | 912 | 23 | 2,5 | 98 | -0,69 |
| ¹¹⁴ Cd | 1,82 | 0,610 | 1,83 | 0,612 | 6,6 | 100 | 0,60 |
| ²⁰⁶⁺²⁰⁷⁺²⁰⁸ Pb | 106 | 1,6 | 103 | 4,4 | 4,3 | 97 | -1,9 |

Tabelle 5: Ergebnisse des CRM055 Klärschlammes

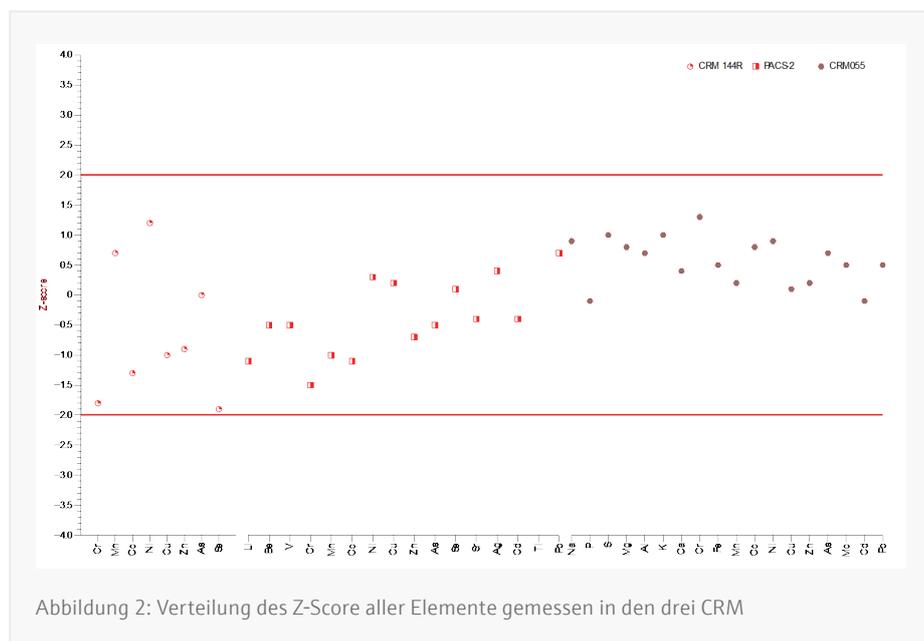
| Isotop | Zertifizierter Wert [mg/kg] | Unsicherheit [mg/kg] | Mittelwert [mg/kg] | Absolute Standardabweichung [mg/kg] | RSD [%] | Wiederfindung [%] | Z-Score |
|---------------------------|-----------------------------|----------------------|--------------------|-------------------------------------|---------|-------------------|---------|
| ²³ Na | 774 | 198 | 954 | 25,5 | 2,7 | 123 | 0,9 |
| ³¹ P | 22000 | 6370 | 21175 | 1255 | 5,9 | 96 | -0,1 |
| ³³ S | 10900 | 4030 | 14785 | 49,5 | 0,3 | 136 | 1,0 |
| ²⁴ Mg | 9180 | 2640 | 11221 | 165 | 1,5 | 122 | 0,8 |
| ²⁷ Al | 15300 | 3390 | 17825 | 213 | 1,2 | 117 | 0,7 |
| ³⁹ K | 2460 | 410 | 2866 | 31,2 | 1,1 | 117 | 1,0 |
| ⁴⁴ Ca | 47400 | 13000 | 52957 | 930 | 1,8 | 112 | 0,4 |
| ⁵² Cr | 288 | 36,7 | 336 | 4,1 | 1,2 | 117 | 1,3 |
| ⁵⁴ Fe | 19000 | 9930 | 24416 | 163 | 0,7 | 129 | 0,5 |
| ⁵⁵ Mn | 667 | 121 | 685 | 14,5 | 2,1 | 103 | 0,2 |
| ⁵⁹ Co | 95,5 | 7,88 | 112 | 3,3 | 2,9 | 118 | 0,8 |
| ⁶⁰ Ni | 163 | 16,3 | 177 | 4,5 | 2,5 | 109 | 0,9 |
| ⁶⁵ Cu | 482 | 59,6 | 487 | 16,8 | 3,4 | 101 | 0,1 |
| ⁶⁶ Zn | 1250 | 253 | 1294 | 36,7 | 2,8 | 104 | 0,2 |
| ⁷⁵ As | 236 | 28,1 | 257 | 8,5 | 3,3 | 109 | 0,7 |
| ⁹⁸ Mo | 131 | 34,9 | 147 | 3,6 | 2,5 | 113 | 0,5 |
| ¹¹⁴ Cd | 60,6 | 4,13 | 60,0 | 1,1 | 1,8 | 99 | -0,1 |
| ²⁰⁶⁺²⁰⁷⁺²⁰⁸ Pb | 154 | 14,2 | 161 | 2,3 | 1,4 | 104 | 0,5 |

Tabelle 6: Ergebnisse der PACS-2 Meeressediments

| Isotop | Zertifizierter Wert [mg/kg] | Unsicherheit [mg/kg] | Mittelwert [mg/kg] | Absolute Standardabweichung [mg/kg] | RSD [%] | Wiederfindung [%] | Z-Score |
|---------------------------|-----------------------------|----------------------|--------------------|-------------------------------------|---------|-------------------|---------|
| ⁷ Li | 32,2 | 2,0 | 30,1 | 2,2 | 7,3 | 93 | -1,1 |
| ⁹ Be | 1,0 | 0,2 | 0,90 | 0,1 | 5,6 | 90 | -0,5 |
| ⁵¹ V | 133 | 5 | 130 | 3,5 | 2,7 | 98 | -0,5 |
| ⁵² Cr | 90,7 | 4,6 | 84,0 | 1,0 | 1,2 | 93 | -1,5 |
| ⁵⁵ Mn | 440 | 19 | 421 | 2,4 | 0,6 | 96 | -1,0 |
| ⁵⁹ Co | 11,5 | 0,3 | 11,2 | 0,2 | 1,8 | 97 | -1,1 |
| ⁶⁰ Ni | 39,5 | 2,3 | 40,2 | 0,6 | 1,6 | 102 | 0,3 |
| ⁶⁵ Cu | 310 | 12 | 313 | 0,9 | 0,3 | 101 | 0,2 |
| ⁶⁶ Zn | 364 | 23 | 347 | 20 | 5,7 | 95 | -0,7 |
| ⁷⁵ As | 26,2 | 1,5 | 25,5 | 1,3 | 5,1 | 97 | -0,5 |
| ⁷⁸ Se | 0,92 | 0,22 | 0,94 | 0,09 | 9,3 | 102 | 0,1 |
| ⁸⁶ Sr | 276 | 30 | 265 | 1,5 | 0,6 | 96 | -0,4 |
| ¹⁰⁷ Ag | 1,22 | 0,14 | 1,27 | 0,1 | 7,8 | 104 | 0,4 |
| ¹¹⁴ Cd | 2,11 | 0,15 | 2,06 | 0,12 | 5,8 | 97 | -0,4 |
| ²⁰⁵ Tl | 0,6 | - | 0,58 | 0,04 | 6,8 | 97 | - |
| ²⁰⁶⁺²⁰⁷⁺²⁰⁸ Pb | 183 | 8 | 189 | 1,3 | 0,7 | 103 | 0,7 |

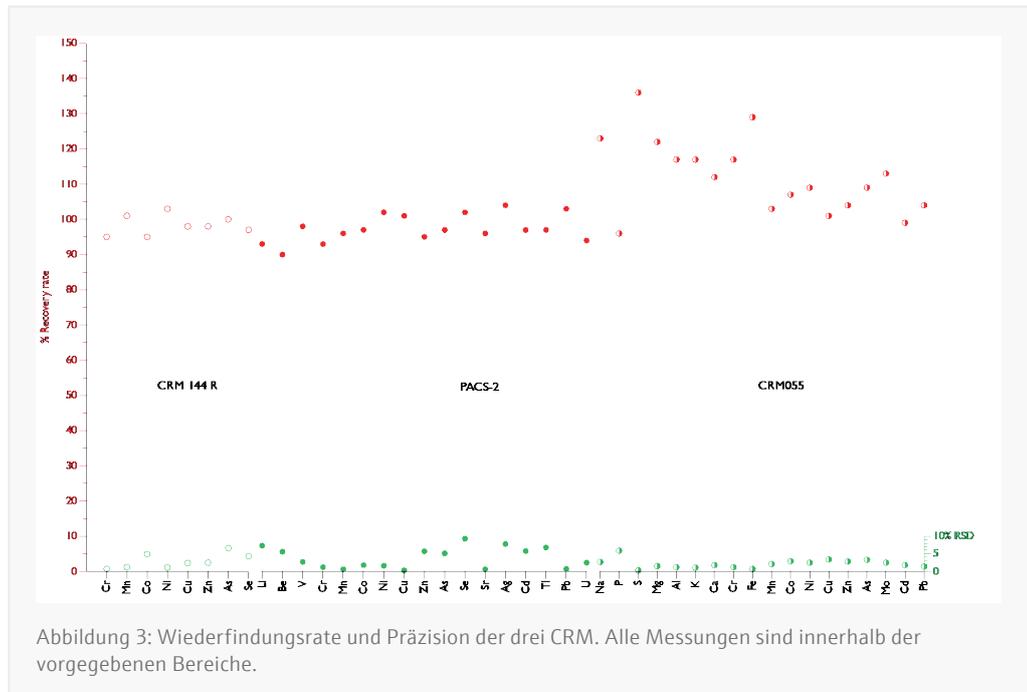
Genauigkeit

Um die Genauigkeit der Methode zu bewerten, wurden zertifizierte Referenzmaterialien gemessen. Der Z-Score-Parameter wurde verwendet, um neben der Effizienz der Wiederfindung von dotierten Proben auch die Genauigkeit zu bewerten. Alle zertifizierten Elemente lagen innerhalb der zertifizierten Kontrollbereiche ($-2.0 < Z\text{-Score} < 2.0$) (Abbildung 2). Auf Grund der hohen Empfindlichkeit und Robustheit des PlasmaQuant MS konnten alle Konzentrationsbereiche (Spuren- und Hauptkomponenten) innerhalb einer Messung erfasst werden.



Präzision

Die relative Standardabweichung (RSD) wurde als Parameter zur Beurteilung der Präzision der Messungen verwendet. Im Durchschnitt wurden RSDs von 2,8 % erreicht. Präzision und Genauigkeit (Wiederfindungsraten) der drei CRM sind in Abbildung 3 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass alle Wiederfindungsraten innerhalb von 80 % bis 120 % liegen, mit Ausnahme von Na, S, Mg und Fe in CRM055 aufgrund der höheren Unsicherheit des Referenzwertes (Z-Score für jene Elemente <1,0). RSDs betragen < 5 %, mit Ausnahme einiger Elemente wie Li, Se und Ag in PACS-2, deren RSDs im Bereich von 8 % bis 9 % liegen. Alle Ergebnisse im Konzentrationsbereich von ppb bis % zeigten mit der bei allen Messungen angewandten Methodik große Präzision und Genauigkeit.



Zusammenfassung

Das PlasmaQuant MS bietet ein einfaches, schnelles und kostengünstiges Verfahren zur Analyse von Böden und Klärschlamm. Die robusten Plasmabedingungen ermöglichen selbst in schwierigen Matrices die präzise Analyse über den gesamten Messbereich. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich die hier beschriebene Methodik für die Bestimmung von Spuren- und Hauptelementen in komplexen Umweltproben wie Böden, Sedimenten und Klärschlämmen sehr gut eignet. Das PlasmaQuant MS beinhaltet mehrere innovative Technologien (Eco Plasma, ReflexION Ionenspiegel, iCRC, Pre-Quadrupol, digitaler Detektor), die insbesondere in der Analyse stark belasteter Probenmatrices zahlreiche Vorteile bieten:

- Ausgezeichnete Empfindlichkeit über den gesamten Massenbereich für niedrigste Nachweisgrenzen
- Ausgezeichnete Plasma-Robustheit für alle Matrices mit dem neuen RF-Generator, der nur die Hälfte des Ar-Verbrauchs (<11 l/min) aufweist
- Die iCRC (integrated Collision Reaction Cell) kombiniert Kollisions- und Reaktionsmodi, um spektrale Interferenzen effizient zu korrigieren
- Einfache Bedienung des Geräts mit vereinfachten Wartungsvorgängen und der benutzerfreundlichen Software Aspect MS

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.