



### Herausforderung

Die präzise Bestimmung von Spurenelementen bei gleichzeitiger Analyse von Mengenelementen.

### Lösung

Die PlasmaQuant 9200 ICP-OES-Serie mit ihrer DualView Plus-Option bietet einen erweiterten linearen dynamischen Bereich vom sub-ppt- bis zum Prozent-Bereich.

### Zielpublikum

Umweltanalytiker, Fachleute für Abwasserbehandlung, Behörden und technische Entscheidungsträger, die in der Klärschlammbewirtschaftung, Nährstoffrückgewinnung und Elementaranalyse tätig sind.

## Bestimmung von Phosphor und anderen kritischen Elementen in Klärschlamm

### Einführung

Phosphor und Phosphorverbindungen sind für alle Lebewesen essenziell. Organismen benötigen Phosphor zur Bildung wichtiger Strukturen oder im Stoffwechsel. Bei Menschen und Tieren gilt dies zum Beispiel für die DNA, aber auch für Knochen und Zähne. Pflanzen verkümmern, wenn sie nicht genügend Phosphate aufnehmen können. Daher ist Phosphor für die Herstellung von Düngemitteln unersetzlich und trägt damit weltweit zur Sicherung der Nahrungsmittelversorgung bei.

Phosphor wurde von der Europäischen Kommission in der „Liste der kritischen Rohstoffe für die Europäische Union“<sup>[1]</sup> als kritischer Rohstoff eingestuft. Im Jahr 2012 hat auch die Deutsche Regierung die Notwendigkeit eines nachhaltigen Managements dieses für die Ressourcenschonung relevanten Stoffstroms betont. Darüber hinaus enthält die deutsche Klärschlammverordnung (AbfKlärV)<sup>[2]</sup> die Verpflichtung zur Phosphorrückgewinnung ab 2029. Nach den Anforderungen der AbfKlärV muss Phosphor zurückgewonnen werden,

wenn ein Klärschlamm mehr als 20 Gramm Phosphor pro Kilogramm Trockenmasse enthält.

Klärschlämme stammen aus kommunalen Kläranlagen (KA), in denen vor allem Abwässer aus privaten Haushalten und vergleichbaren Einrichtungen behandelt werden. Sie gelten als Abfall, aber wegen ihres relativ hohen Gehalts an wertvollen Nährstoffen (z. B. Ca, K, N) ist ihr Potenzial als Ressource erheblich. Je nach Schadstoffgehalt kann Klärschlamm als Dünger auf landwirtschaftlichen Böden oder im Landschaftsbau genutzt werden.

Die Europäische Union hat mehrere Richtlinien erlassen, die von den Mitgliedstaaten übernommen werden müssen, um die Ausbringung von Klärschlamm auf Böden zu regeln (z. B. die „Klärschlammrichtlinie 86/278/EWG“<sup>[3]</sup>). Diese verbieten die Verwendung von Schlämmen aus Kläranlagen, sofern die festgelegten Anforderungen (siehe Tabelle 1) nicht erfüllt sind. Die AbfKlärV regelt insbesondere die Anforderungen für die Verwertung von Klärschlamm zu Dünge Zwecken auf landwirtschaftlich

genutzten Böden. Um die uneingeschränkte Eignung der für die Klärschlammaufbringung vorgesehenen Böden zu gewährleisten, sieht die Verordnung regelmäßige Schadstoffuntersuchungen dieser Böden vor und legt diesbezüglich Grenzwerte fest (siehe Tabelle 1), die nicht überschritten werden dürfen. Infolgedessen muss der Gehalt an Nährstoffen (z. B. P) und Schadstoffen (z. B. Cd, Hg, Pb) in Schlämmen aus der kommunalen und industriellen Abwasserbehandlung regelmäßig kontrolliert werden. Die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) wird aufgrund ihrer Fähigkeit zur Multi-Elementbestimmung, ihres großen linearen dynamischen Messbereichs und ihrer Empfindlichkeit häufig für die Analyse von Böden und Schlämmen eingesetzt. Die Anwendung wird in Standardverfahren wie den EPA-Methoden 3050B und 6010C, DIN EN 16174:2012-11 und der ISO-Norm 11885:2007 beschrieben.

In dieser Studie wurde ein hochauflösendes ICP-OES, das PlasmaQuant 9200 Elite, für die Analyse von Haupt-, Neben- und Spurenelementen in verschiedenen Schlammproben verwendet. Die außergewöhnlich hohe Auflösung in Kombination mit der DualView Plus-Option ermöglicht die interferenzfreie Analyse aller untersuchten Analyten vom sub-ppb- bis zum Prozentbereich. Die Probenvorbereitung erfolgte gemäß EN 16174:2012. Die Genauigkeit der Methode wurde anhand des Standardreferenzmaterials

## Materialien und Methoden

### Probenvorbereitung

Sämtliche Laborgeräte wurden mit deionisiertem Wasser aus einem PURELAB-System gespült (18,2 M $\Omega$ -cm, ELGA LabWater, High Wycombe, England). Die verwendeten Chemikalien hatten den Reinheitsgrad „zur Analyse“. Alle Multielement-Stammlösungen wurden unter Verwendung von Einzelelement- und Multielement-Standardlösungen (Merck, Sigma-Aldrich, CPAchem, Inorganic Ventures) hergestellt. Die Arbeitsstandards wurden durch serielle Volumen-/Volumen-Verdünnung in Polypropylenröhrchen aus den Stammlösungen unter Verwendung von 1 Vol.-% HNO<sub>3</sub> hergestellt. Als interner Standard wurde allen Blindlösungen, Standards und Proben Yttrium (Y) zugesetzt. Die künstliche Klärschlammprobe zur Bestimmung der Langzeitstabilität wurde aus Einzel- und Multielement-Standardlösungen hergestellt und enthielt die folgenden Analytkonzentrationen: 0,1 mg/l (Hg, Tl), 0,5 mg/l (Ag, As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Se, Zn), 50 mg/l (Mg), 150 mg/l (Al, Fe, P, S), 300 mg/l (Ca).

Als Proben wurde ein Standardreferenzmaterial (SRM) „Domestic Sludge“ NIST 2781 und eine Klärschlammprobe verwendet, die Teil eines nationalen Ringversuchs (RV) war („Bestimmung von Phosphor in Klärschlamm“ (2021) durch die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, BAM).

Tabelle 1: Grenzwerte der europäischen und deutschen Klärschlammrichtlinien

Element	86/278/EWG [mg/kg]	Deutsche Klärschlammverordnung [mg/kg]
As	-	40
Cd	20-40	1,5
Cr	-	_*
Cu	1000-1750	900
Hg	16-25	1,0
Ni	300-400	80
Pb	750-1200	150
Tl	-	1,0
Zn	2500-4000	4000

\* Kennzeichnung erforderlich bei >300mg/kg Trockenmasse gemäß deutscher Düngemittelverordnung

NIST 2781 und einer Klärschlammprobe untersucht, die Teil eines nationalen Ringversuchs war. Außerdem wurden Tests zur Wiederfindung der Analyten und zur Langzeitstabilität durchgeführt, um die Eignung der Analysemethode und die Leistungsfähigkeit des Geräts zu überprüfen.

Die Probenvorbereitung erfolgte gemäß EN 16174:2012 (Methode B), die einen mikrowellenunterstützten Säureaufschluss erfordert. Vor der Entnahme jeder Dreifachprobe zur Analyse wurde der Inhalt der Probenflaschen homogenisiert, indem die Flasche kopfüber geschüttelt wurde. Anschließend wurden etwa 0,5 g der homogenisierten Probe genau eingewogen (0,0001 g) und in ein Aufschlussgefäß (DAP60) gegeben. Nacheinander wurden 0,5 ml deionisiertes Wasser, 6 ( $\pm$  0,1) ml HCl und 2 ( $\pm$  0,1) ml HNO<sub>3</sub> zugegeben. Die Mischung wurde vorsichtig geschwenkt und mindestens 15 Minuten lang stehen gelassen, wonach das Gefäß verschlossen wurde. Das anschließende Erhitzen (175 °C, 10 min) erfolgte in einem Mikrowellenaufschluss-System speedwave XPERT. Anschließend wurden die Gefäße zum Abkühlen auf Raumtemperatur (RT) stehen gelassen, um Schäumen und Spritzer zu vermeiden. Die Lösungen wurden in ein graduiertes Polypropylenröhrchen überführt, mit deionisiertem Wasser auf 50 ml verdünnt und zentrifugiert (1125xg, 10 min). Die Überstände wurden unverzüglich analysiert. Die Analyseergebnisse bezogen sich nicht auf die Trockenmasse, sondern auf das Ausgangsgewicht der Probe.

## Kalibrierung

Die Kalibrierungswerte für jedes Element wurden basierend auf den erwarteten Konzentrationsbereichen gewählt. Für jedes Element wurden mindestens drei Kalibrierpunkte verwendet, wie in Tabelle 2 beschrieben. Ausgewählte Kalibrierkurven sind in Abbildung 1 gezeigt.

Tabelle 2: Konzentration der Kalibrierstandards

Element	Einheit	Kal. 0	Std. 1	Std. 2	Std. 3	Std. 4	Std. 5	Std. 6	Std. 7
As, Hg, Tl	mg/l	0	0,01	0,1	-	-	-	-	-
Cd	mg/l	0	0,01	0,1	1,0	-	-	-	-
Ag, Ni, Se	mg/l	0	-	0,1	1,0	-	-	-	-
Cr, Pb	mg/l	0	-	0,1	1	10	-	-	-
Cu	mg/l	0	-	-	1	10	-	-	-
Mg	mg/l	0	-	-	-	-	10	50	200
Ca	mg/l	0	-	-	-	-	40	200	1000
K	mg/l	0	-	-	-	-	4	20	100
Fe, P, S	mg/l	0	-	-	-	-	20	100	500
Mn, Na, Zn	mg/l	0	-	-	-	-	1	5	25

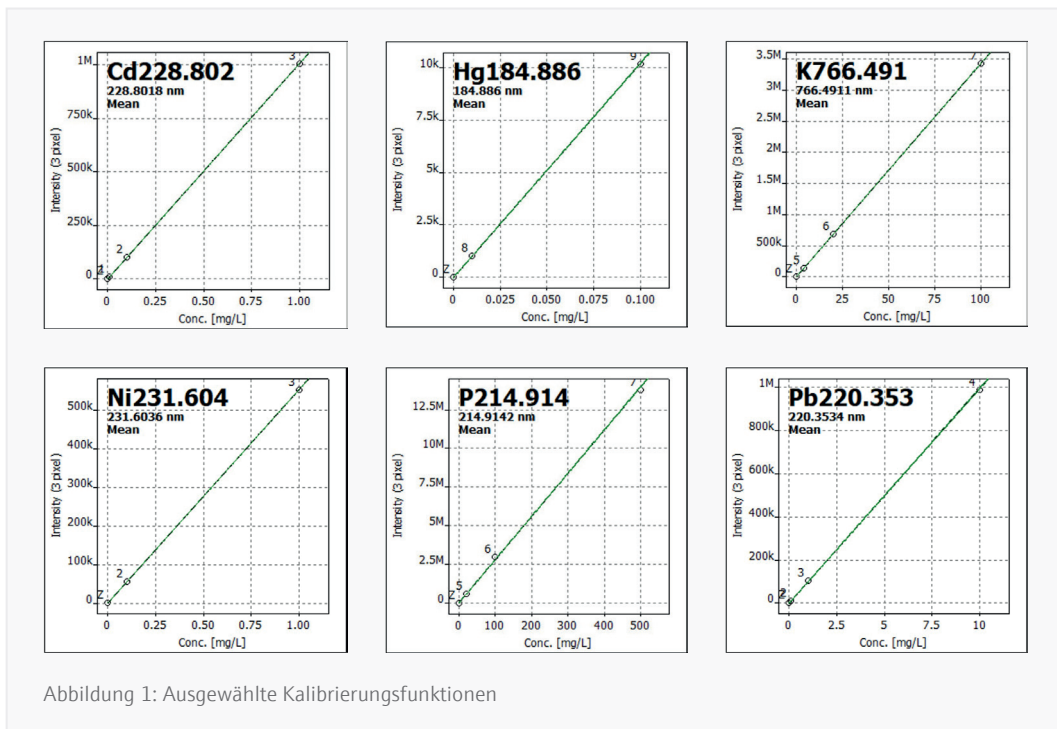


Abbildung 1: Ausgewählte Kalibrierfunktionen

### Geräteparameter

Die Analyse wurde mit einem PlasmaQuant 9200 Elite ICP-OES durchgeführt. Die Komponenten für die Probenzufuhr sowie die Geräteeinstellungen wurden so gewählt, dass ein hohes Empfindlichkeitsniveau für Spurenelemente wie in möglicherweise stark salzhaltigen Matrices erreicht wurde. Für die automatische Probenzuführung wurde ein Teledyne CETAC ASX-560 Autosampler verwendet. Weiterhin wurde ein Misch-Kit für interne Standards eingesetzt, um 10 mg/l Yttrium als interne Standardlösung online zuzuführen, was in einer Endkonzentration von ca. 1 mg/l resultierte. Eine Zusammenfassung der einzelnen Einstellungen und Komponenten ist in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3: Geräteeinstellungen

Parameter	Spezifikationen
Plasmaleistung	1300 W
Plasmagasfluss	8,5 l/min
Hilfsgasfluss	0,6 l/min
Zerstäubergasfluss	0,6 l/min
Zerstäuber	Konzentrisch, SeaSpray, 2,0 ml/min, Borosilikat
Zerstäuberkammer	Zyklon-Zerstäuberkammer, 50 ml, Borosilikat
Äußeres Rohr / Inneres Rohr	Quarz/Quarz
Injektor	Quarz; ID: 2 mm
Pumpschlauch Probe	PVC (rot/rot)
Pumpschlauch interner Standard	PVC (grün/orange)
Pumprate	1,00 ml/min
Verzögerungszeit / Spüldauer	45 s/15 s
Torch-Position	-1 mm

### Methoden- und Auswerteparameter

Methodenparameter sind in Tabelle 4 aufgeführt.

Tabelle 4: Methodenparameter

Element	Linie [nm]	Plasma-beobachtung	Integration	Integrationszeit [s]	Auswertung		
					Pixel	Basislinien-anpassung	Polynomgrad
Y	371,030	axial/radial	Peak	1/1	3	ABC <sup>1</sup>	auto
Ag	328,068	axial	Peak	1	3	ABC	auto
As	188,979	axial	Peak	10	3	ABC	auto
Ca	315,887	att. radial <sup>2</sup>	Peak	1	3	ABC	auto
Cd	228,802	axial	Peak	3	3	ABC	auto
Cr	267,716	axial	Peak	3	3	ABC	auto
Cu	327,396	axial	Peak	1	3	ABC	auto
Fe	259,940	att. radial	Peak	1	3	ABC	auto
Hg	184,886	axial	Peak	10	3	ABC	auto
K	766,491	radial	Peak	1	3	ABC	auto
Mg	285,213	radial	Peak	1	3	ABC	auto
Mn	257,610	att. radial	Peak	1	3	ABC	auto

Tabelle 4 (Fortsetzung): Methodenparameter

Element	Linie [nm]	Plasmabeobachtung	Integration	Integrationszeit [s]	Auswertung		
					Pixel	Basislinienanpassung	Polynomgrad
Na	589,592	radial	Peak	1	3	ABC	auto
Ni	231,604	axial	Peak	3	3	ABC	auto
P	214,914	axial	Peak	1	3	ABC	auto
Pb	220,353	axial	Peak	3	3	ABC	auto
S	182,565	axial	Peak	1	3	ABC	auto
Se	196,028	axial	Peak	3	3	ABC	auto
Tl	190,796	axial	Peak	10	3	ABC	auto
Zn	206,200	axial	Peak	1	3	ABC	auto

<sup>1</sup> Automatische Basislinienkorrektur

<sup>2</sup> Abgeschwächte radiale Beobachtung erweitert den linearen dynamischen Bereich in den Prozentbereich

## Ergebnisse und Diskussion

### Analytwiederfindung und Genauigkeit

Die Genauigkeit der entwickelten Methode wurde durch Analyse des Standardreferenzmaterials NIST 2781 untersucht. Tabelle 6 zeigt die zertifizierten Werte und Wiederfindungsraten für das getestete Referenzmaterial. Alle Wiederfindungsraten lagen innerhalb von  $\pm 9\%$  des zertifizierten Werts.

Tabelle 5: Vergleich der Referenzwerte mit den ermittelten Massenanteilen für NIST SRM 2781 (Domestic sludge)

Element	NIST SRM 2781 (Domestic Sludge)					
	Referenzwert [mg/kg]		Ungenauigkeit [mg/kg]	Gemessener Massenanteil [mg/kg]	RSD <sup>1</sup> [%]	Wiederfindungsrate [%]
Ag	86,3	±	1,7	83,9	1,5	97,2
As	7,81	±	0,67	7,98	0,6	102,2
Ca	36 440	±	1 830	36 190	0,8	99,3
Cd	11	±	2	10,8	0,9	98,2
Cr	143	±	14	134	1,5	93,7
Cu	601	±	16	576	0,9	95,8
Fe	24 300	±	2 100	24 973	1,8	102,8
Hg	3,68	±	0,14	3,46	1,4	94,0
Mg	4 850	±	290	4 780	2,0	98,6
Mn	745	±	33	751	0,6	100,8
Ni	72,3	±	6,3	67,1	0,3	92,8
P	24 300	±	400	22 580	0,4	92,9
Pb	183	±	15	167	0,3	91,3

Tabelle 5 (Fortsetzung): Vergleich der Referenzwerte mit den ermittelten Massenanteilen für NIST SRM 2781 (Hausschlamm)

Element	NIST SRM 2781 (Domestic Sludge)					
	Referenzwert [mg/kg]		Ungenauigkeit [mg/kg]	Gemessener Massenanteil [mg/kg]	RSD <sup>1</sup> [%]	Wiederfindungsrate [%]
Se	16,0	±	1,5	15,1	0,6	94,4
Tl <sup>2</sup>	-		-	0,787	2,0	-
Zn	1 120	±	34	1 140	1,6	101,8

<sup>1</sup> Relative Standardabweichung basierend auf drei unabhängigen Wiederholmessungen

<sup>2</sup> Nicht zertifiziert

Zusätzlich wurden Dotierungsversuche durchgeführt, um die Eignung der Analysenmethode zu veranschaulichen. Gemäß ISO 11885 soll die Wiederfindungsrate  $\pm 20\%$  der Analytkonzentration betragen, mit der die Probe dotiert wurde, damit Matrixeffekte als vernachlässigbar gelten. Um dies zu überprüfen, wurde die Ringversuch-Probe nach dem Aufschluss mit den gewünschten Elementen dotiert. Tabelle 6 zeigt die Wiederfindungsraten der Analyten, die alle innerhalb eines Bereichs von  $\pm 14\%$  des Erwartungswertes lagen, was die Anwendbarkeit der Analysenmethode verdeutlicht.

Tabelle 6: Quantitative Ergebnisse und Wiederfindungsraten von Analytdotierungen bei verschiedenen Klärschlammproben

Element	Klärschlamm			SRM NIST 2781		
	Gemessene Konz. [mg/l]	Dotierte Konz. [mg/l]	Wiederfindungs- rate [%]	Gemessene Konz. [mg/l]	Dotierte Konz. [mg/l]	Wiederfindungs- rate [%]
Ag	0,017	0,5	93	0,858	0,5	97
As	0,050	0,5	93	0,075	0,5	91
Ca	869	200	97	366	200	103
Cd	0,010	0,5	98	0,104	0,5	89
Cr	0,309	0,5	90	1,33	0,5	96
Cu	4,88	0,5	96	5,84	0,5	97
Fe	312	100	99	257	100	100
Hg	0,003	0,05	111	0,035	0,05	111
K	25,9	20	103	28,7	20	102
Mg	89,5	50	101	49,3	50	105
Mn	3,94	5	100	7,39	5	107
Na	5,69	5	103	9,93	5	103
Ni	0,248	0,5	86	0,600	0,5	92
P	251	100	99	221	100	100
Pb	0,396	0,5	87	1,67	0,5	95
S	106	100	108	137	100	102
Se	0,031	0,5	93	0,151	0,5	88
Tl	0,015	0,05	94	0,008	0,05	92
Zn	7,70	5	106	10,8	5	104

### Langzeitstabilität

Die Langzeitstabilität wurde untersucht, indem die Ergebnisse einer künstlichen Klärschlammprobe zehn Stunden lang überwacht wurden, wobei Wiederfindungsraten im Bereich von  $\pm 7\%$  der erwarteten Werte erhalten wurden (siehe Abbildung 2). Relative Standardabweichungen von weniger als 1,65 % (für Analyten) und 1,05 % (für interne Standards, Abbildung 3) weisen auf eine äußerst stabile Leistung des Geräts während der 10-stündigen Messung hin.

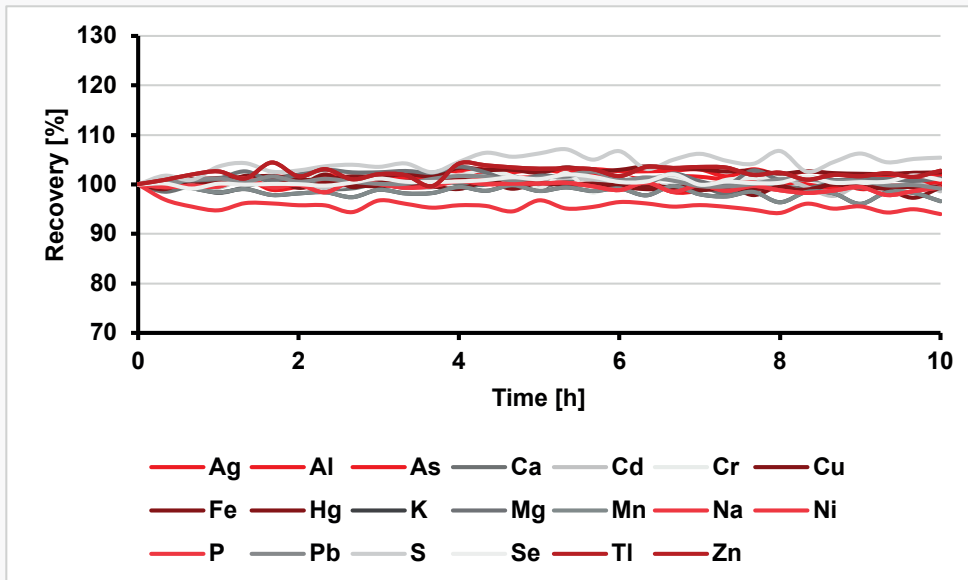


Abbildung 2: Prozentuale Wiederfindungsraten der Analyte während einer 10-stündigen Sequenz. Die RSD-Werte lagen für alle Elemente unter 1,65 %.

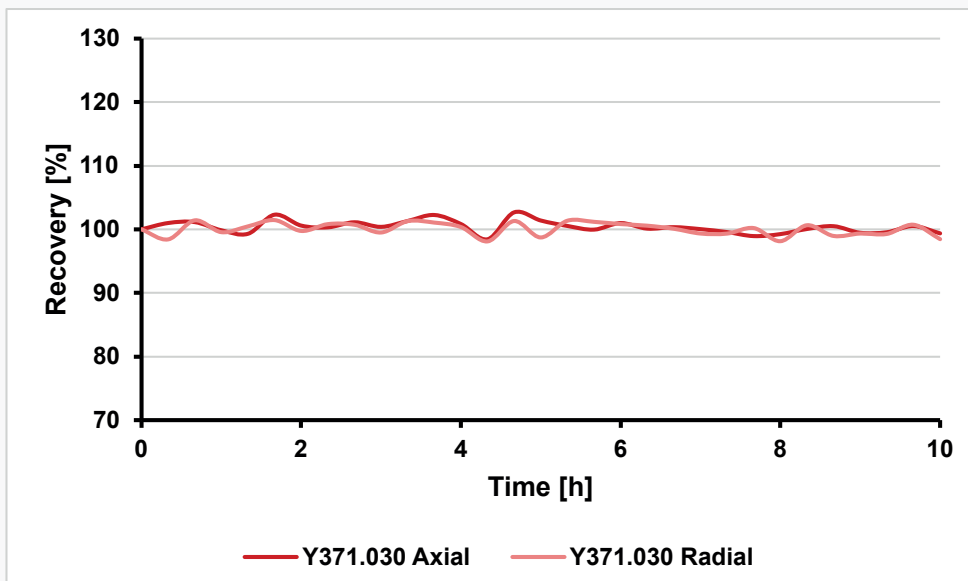


Abbildung 3: Prozentuale Wiederfindungsraten des internen Standards (Yttrium) während einer 10-stündigen Sequenz. Die RSD-Werte lagen für beide Beobachtungsmodi unter 1,05 %.

### Externe Qualitätskontrolle - Ringversuch (RV)

Das Gesamtziel der RV-Organisatoren war es, die Gleichwertigkeit verschiedener Methoden zur Phosphorbestimmung zu bewerten, die nach der deutschen Klärschlammverordnung (AbfKlärV) zulässig sind. Um die Leistungsfähigkeit des PlasmaQuant 9200 Elite und die Anwendbarkeit des Analyseverfahrens für die Phosphorbestimmung nachzuweisen, nahm das Applikationslabor am Hauptsitz von Analytik Jena an diesem Versuch teil. Der Organisator des RV gab die zugelassenen Analysemethoden und die entsprechenden Vorschriften zur Probenvorbereitung vor. Neunzehn Laboratorien legten Ergebnisse vor, die mittels Probenvorbereitung mit einem geschlossenen Mikrowellenaufschluss-System und ICP-OES-Messungen erzielt wurden. Die Ergebnisse des RV sind in Tabelle 7 dargestellt.

Tabelle 7: Quantitative Ergebnisse für die Ringversuchsprobe

Element	Klärschlammprobe				
	RV Mittelwert [g/kg]	CVr* [%]	Gemessen [g/kg]	CVr,L* [%]	z-Score*
P	26,01	1,5	25,62	1,1	-0,3

\* Die Berechnung erfolgte nach ISO 5725-2

### Empfindlichkeit und spektrale Auflösung

Nach ISO 11885 wurden die Nachweisgrenzen (LODs) nach Gleichung 1 berechnet:

$$\text{LOD} = 3 \times s_0$$

wobei  $s_0$  die Standardabweichung von 10 Wiederholmessungen der Blindprobe ist. Die geräte- und methodenspezifischen Nachweisgrenzen, die den Verdünnungsfaktor des Aufschlusschritts berücksichtigen, sind in Tabelle 8 aufgeführt.

Tabelle 8: Gerätespezifische Nachweisgrenzen (NWG) und methodenspezifische Nachweisgrenzen (NWG<sub>m</sub>) für die verwendeten Analyselinien

Element	Linie [nm]	Plasma- beobachtung	NWG [µg/l]	NWG <sub>m</sub> [mg/kg]
Ag	328,068	axial	0,21	0,02
As	188,979	axial	0,49	0,05
Ca	315,887	att. radial <sup>1</sup>	3,29	0,33
Cd	228,802	axial	0,10	0,01
Cr	267,716	axial	0,20	0,02
Cu	327,396	axial	0,24	0,02
Fe	259,940	att. radial <sup>1</sup>	1,18	0,12
Hg	184,886	axial	0,41	0,04
K	766,491	radial	22,7	2,27
Mg	285,213	radial	0,40	0,04
Mn	257,610	att. radial <sup>1</sup>	0,20	0,02
Na	589,592	radial	4,72	0,47
Ni	231,604	axial	0,18	0,02
P	214,914	axial	3,69	0,37
Pb	220,353	axial	0,59	0,06
S	182,565	axial	9,75	0,97
Se	196,028	axial	1,61	0,16
Tl	190,796	axial	0,42	0,04
Zn	206,200	axial	0,17	0,02

<sup>1</sup> Abgeschwächte radiale Beobachtung erweitert den linearen dynamischen Bereich in den Prozentbereich

Der störungsfreie Nachweis von kleinsten Konzentrationen ist eine Voraussetzung für die zuverlässige und genaue Schadstoffüberwachung im Klärschlamm. Die Messsignale von Analyten im Spurenbereich können leicht durch Matrixkomponenten gestört werden. Eine hohe spektrale Auflösung liefert jedoch gut getrennte, hochaufgelöste Peaks und vermeidet so das Risiko spektraler Interferenzen bei der Klärschlammanalyse. Abbildung 4 zeigt einen Vergleich der Spektren am Beispiel von Cadmium (Cd). Da Klärschlamm häufig hohe Konzentrationen von Eisen (Fe) enthält, kann die empfindliche Quantifizierung von Cd mittels ICP-OES sehr herausfordernd sein. Die beiden empfindlichsten Cd-Linien bei 226,502 und 214,441 nm sind anfällig für Fe-Störungen. Messungen mit einem ICP-OES mit mittlerer oder geringer Auflösung können leicht zu einem Überbefund von Cd in solchen Fe-reichen Proben führen. Daher ist der Anwender gezwungen, auf Cd bei 228,802 nm auszuweichen, um zumindest eine weniger empfindliche Analyse zu ermöglichen. Da Klärschlamm häufig relativ hohe Mengen an Arsen enthält, ist diese Analyselinie nur mit HR ICP-OES verwendbar. Das Spektrum

eines Geräts mit durchschnittlicher spektraler Auflösung (links) zeigt eine unzureichende Trennung der Cd-Linie bei 228,802 nm und der daneben liegenden Matrixpeaks, sodass diese Linie nicht für eine zuverlässige Quantifizierung verwendet werden kann. In diesem Fall ist die Verwendung einer alternativen, weniger empfindlichen Linie unvermeidlich, was zu einer höheren NWG sowie zu einer geringeren Präzision und Genauigkeit am Grenzwert führt. Im Gegensatz zu einer durchschnittlichen Auflösung liefert die hohe spektrale Auflösung des PlasmaQuant 9200 Elite ein basisliniengetrenntes Signal für die Cd-Linie bei 228,802 nm. Dadurch bleibt die empfindlichste Linie für eine Quantifizierung von Cd verfügbar und ermöglicht eine geringstmögliche NWG und höchste Zuverlässigkeit der erzielten Ergebnisse. Die hohe spektrale Auflösung trägt auch zu einer verbesserten Empfindlichkeit bei, da sie zu größeren Peakhöhen und höheren Messwerten bei einer standardmäßigen Drei-Pixel-Peakauswertung führt, wie sie bei ICP-OES üblicherweise angewendet wird.

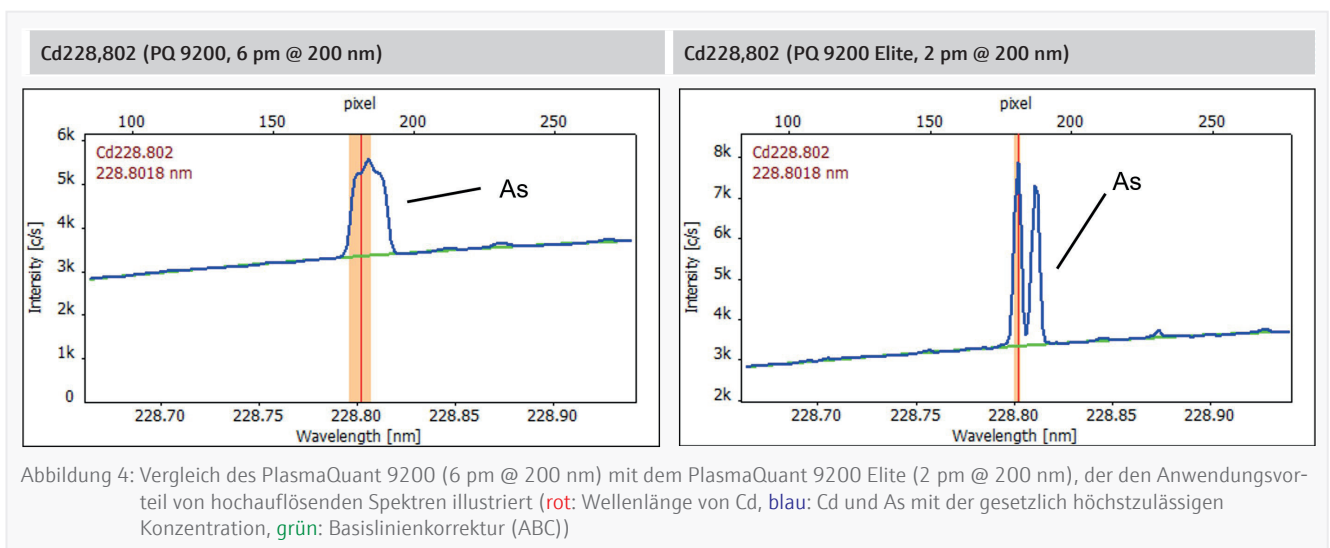


Abbildung 4: Vergleich des PlasmaQuant 9200 (6 pm @ 200 nm) mit dem PlasmaQuant 9200 Elite (2 pm @ 200 nm), der den Anwendungsvorteil von hochauflösenden Spektren illustriert (rot: Wellenlänge von Cd, blau: Cd und As mit der gesetzlich höchstzulässigen Konzentration, grün: Basislinienkorrektur (ABC))

## Zusammenfassung

Die vorgestellte Methode beschreibt die Möglichkeiten der PlasmaQuant 9200 Serie (Standardkonfiguration) bei der Analyse von Klärschlammproben. Die Methodvalidierung erfolgte durch die Analyse eines zertifizierten Referenzmaterials und mehrerer dotierter Schlammproben sowie eine Langzeitstabilitätsanalyse, die die Eignung des PlasmaQuant 9200 Elite ICP-OES-Systems für die Elementbestimmung in Klärschlammproben belegen. Die größte Herausforderung bei dieser Anwendung stellt die Elementbestimmung über einen großen Konzentrationsbereich (niedrige  $\mu\text{g/l}$  bis hohe  $\text{mg/l}$ ) dar. Spurenelemente (z. B. Cd, Hg) müssen zusammen mit Nährstoffen (z. B. Ca, K, Mg, P) analysiert werden. Dies ist mit der DualView Plus Funktion des PlasmaQuant 9200 möglich, wie erfolgreich gezeigt werden konnte. Neben den üblichen axialen und radialen Plasmabeobachtungsmodi, bietet es die Modi axial plus und radial plus, die das Signal im jeweiligen Beobachtungsmodus abschwächen. Die beschriebene Methode nutzt die radiale und abgeschwächte radiale Plasmabeobachtung, um hohe Mineraliengehalte neben Spuren von toxischen Elementen innerhalb einer Messung zu bestimmen. Hierdurch kann der Messaufwand deutlich reduziert werden, da man die Proben nicht in unterschiedlichen Verdünnungen mehrfach messen muss. Es konnte gezeigt werden, dass die Anforderungen in Bezug auf Empfindlichkeit, Stabilität und Genauigkeit



Abbildung 5: PlasmaQuant 9200 Serie

für die Analyse von Klärschlammproben mit dem hier vorgeschlagenen Setup erfüllt werden können. Die Verwendung der PlasmaQuant 9200 Serie ermöglicht Laboren die Durchführung des gesamten Elementscreenings mit nur einem Gerät. Sowohl toxische Spurenelemente als auch kritische Nährstoffe wie Phosphor lassen sich ohne Beeinträchtigung der Genauigkeit nebeneinander analysieren.

## Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 9: Übersicht empfohlener Geräte, Zubehöre und Verbrauchsmaterialien

Artikel	Artikelnummer	Beschreibung
PlasmaQuant 9200 Elite	818-09201-2	Hochauflösendes ICP-OES
STANDARD KIT PlasmaQuant 9x00 Serie	810-88006-0	Probeneintragssystem für wässrige Proben
Concentric nebulizer 2mL/min Borosilicate glass, for high salt content	418-13-410-609	Zerstäuber für verbesserte Robustheit und Stabilität
Kit internal Std addition for STANDARD KIT, ORGANIC KIT, SALT KIT	418-13-410-593	Set für die Online-Zugabe eines internen Standards zur Probe
Teledyne Cetac ASX-560	810-88015-0	Autosampler mit integrierter Spülfunktion

## Verweise

- [1] Mitteilung der Kommission an das Europäische Parlament, den Rat, den Europäischen Wirtschafts- und Sozialausschuss und den Ausschuss der Regionen, Brüssel, 2020
- [2] Verordnung über die Verwertung von Klärschlamm, Klärschlammgemisch und Klärschlammkompost (Klärschlammverordnung - AbfKlärV), Ausfertigung 2017.
- [3] 86/278/EWG Richtlinie des Rates über den Schutz der Umwelt und insbesondere der Böden bei der Verwendung von Klärschlamm in der Landwirtschaft, 1986

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.

## Unternehmenshauptsitz

Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Straße 1  
07745 Jena · Deutschland

Telefon  
+49 3641 77 70  
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com  
www.analytik-jena.com

Version 1.3 · Autor: SaSp, KiSc  
de · 04/2026

© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Abbildungen ©: Unsplash/E. Girardet