

Präzisionsmessverfahren für die Elementanalytik



FB Metrologie in der Chemie

AG Anorganische Analytik

ICP OES-Präzisionsmessverfahren

Teil des Weitergabekonzeptes für die Rückführung elementanalytischer Messergebnisse auf das Internationale Einheitensystem (SI)

- Einsatz:
- Prüfung von Transferlösungen für Weitergabe
 - Vergleichsmessungen z. B. mit dem Kalibrierlabor im Rahmen der Weitergabe
 - Konsistenzprüfung von Gehalten im Rahmen der Bewahrung

Experimentelles

- Interner Standard (meist Yttrium)
- Messung von Intensitätsverhältnissen R_i
- Bracketing mit zwei Referenzen (1 und 2)
- 20 Messungen der Probe
- 180 min Gesamtdauer
- Unsicherheit z.B. für Eisen $U_{rel}(w_x) = 0,07\%$

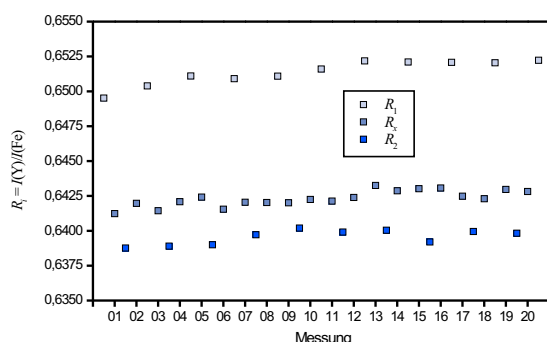


Abbildung 1: Typische ICP OES-Messung, Beispiel Eisen mit Yttrium als internem Standard und zwei Referenzen.

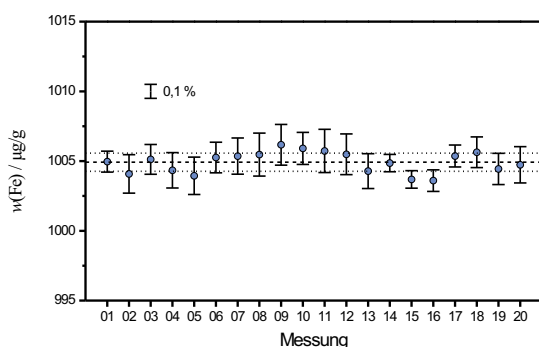
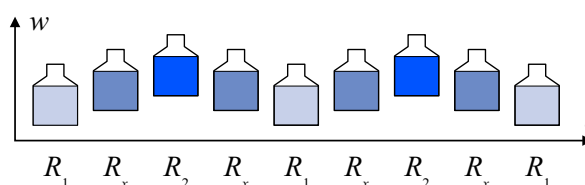


Abbildung 2: Streuung des gemessenen Eisengehaltes während der Messdauer von 180 min.

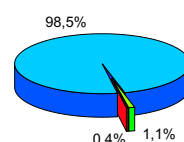
Schema Bracketing-Messung



Modellgleichung

$$w_x = w_z \frac{m_{yx}}{m_x} \frac{R_2}{R_x} \frac{R_1}{m_{z,2}} \frac{m_{y,1}}{m_{z,1}} \frac{m_{y,2}}{m_{z,2}} \frac{m_{y,1}}{m_{z,1}} R_2$$

Messunsicherheit



Beispiel Eisen-Transferlösung:
 $w(\text{Fe}) = (1004,9 \pm 0,7) \mu\text{g/g}$

- Intensitätsverhältnisse R_1, R_x, R_2
- Etwaige Probe und interner Standard
- Gehalt der Referenzlösung w_z

Apparatives

ICP OES
SPECTRO CIROS CCD mit
radialer Plasmabetrachtung und
Smart Analyzer Software

Betriebsparameter Eisenmessung:

- 1400 W Plasmaleistung
- 13 L/min Kühlgas
- 1,2 L/min Hilfsgas
- 0,85 L/min Zerstäubergas
- 2 ml/min Probenverbrauch
- Crossflow-Zerstäuber
- Scott-Kammer
- Wellenlängen:
(Fe) = 238,204 nm
(Y) = 361,105 nm

