

Reinigung der Dispensette® S Trace Analysis und erreichbare Blindwerte

Einleitung

Die im Bereich der Spurenanalytik üblichen Größenordnungen für die Konzentration sind ppb und ppt. Größenordnungen die uns außerhalb des Labors selten begegnen. Folgende Vergleiche sollen ein Gespür für diese Mengenangaben vermitteln, es gilt die Annahme, dass 1 m³ Wasser 1.000 kg entsprechen.

ppm = mg/kg: parts per million

1 Teil je 10⁶ Teile;
z.B. 1 Zuckerwürfel (3 g) gelöst in 1 m³ Wasser = 3 ppm

ppb = µg/kg: parts per billion

1 Teil je 10⁹ Teile;
z.B. 1 Zuckerwürfel (3 g) gelöst in 1.000 m³ Wasser* = 3 ppb

*(1.000 m³ entsprechen einem Becken von 10 m x 25 m x 4 m)

ppt = ng/kg: parts per trillion

1 Teil je 10¹² Teile;
z.B. 1 Zuckerwürfel (3 g) gelöst in 1.000.000 m³ Wasser* = 3 ppt

*(1.000.000 m³ entsprechen einem See von etwa 564 m Durchmesser und 4 m Tiefe)

Material und Methoden:

Vor dem Einsatz in der Spurenanalytik muss die Dispensette® S Trace Analysis zunächst gründlich gereinigt werden. Dazu sollten Reagenzien der Reinheitsstufe „pro Analysis“ (p.A.) oder besser verwendet werden. Ein Rückdosierventil kann Sie bei der Reduktion von Medienverlusten unterstützen. Wird ein Modell mit Rückdosierventil eingesetzt, muss die Reinigung in Dosier- und Rückdosierstellung des Ventils erfolgen.

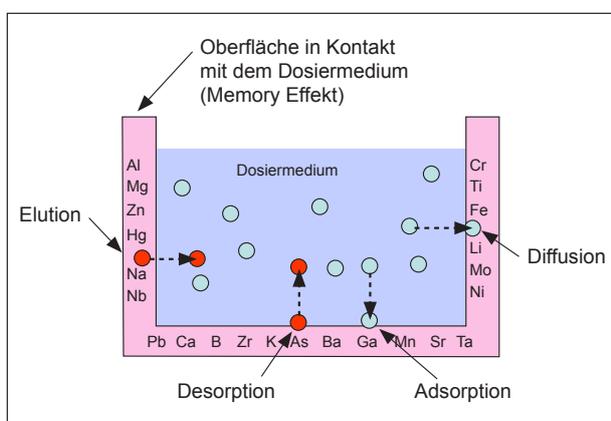


Abbildung: graphische Darstellung von Oberflächeneffekten

Im Folgenden wird ein Reinigungsverfahren beschrieben, welches in der Praxis zu minimalen Blindwerten führt:

1. Das Gerät auf eine mit Aceton p.A. gefüllte Flasche schrauben, entlüften und bis zum Maximum füllen. Den Kolben am oberen Anschlag belassen und die Dosierkanüle mit der Schraubkappe schließen. Nach ca. 24 Stunden Einwirkzeit zweimal dosieren, dann das Gerät vollständig entleeren und fünfmal mit reinem Wasser p.A. spülen.
2. Das Gerät auf eine mit 37%iger Salzsäure p.A. gefüllten Flasche schrauben, entlüften und bis zum Maximum füllen. Den Kolben am oberen Anschlag belassen und die Dosierkanüle mit der Schraubkappe verschließen.
3. Nach ca. 24 Stunden Einwirkzeit zweimal dosieren und erneut bis zum Maximum füllen.
4. Den Schritt 3 noch zweimal wiederholen. Nach weiteren 24 Stunden Einwirkzeit das Gerät vollständig entleeren und 5-mal mit reinem Wasser p.A. spülen.
5. Die Schritte 2 bis 4 mit einer 65%iger Salpetersäure p.A. wiederholen.
6. Das Gerät auf eine mit Ultra-Reinstwasser für die Spurenanalyse gefüllte Flasche schrauben, entlüften (3 Hübe) und die ersten zwei Dosierungen verwerfen. Die dritte Dosierung wird in ein Probegefäß für die Ermittlung der Blindwerte gegeben.



Die Ermittlung der Blindwerte erfolgt mittels ICP-MS in Übereinstimmung mit der DIN EN ISO 17294-2 (E29) und ICP-OES in Übereinstimmung mit der DIN EN ISO 11885 (E22).

Ergebnisse:

Parameter Screening ICP	Analysen- ergebnis	Bestimmungs- grenze	Einheit	Methode ICP
Aluminium	<0,010	0,010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Antimon	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Arsen	<0,00050	0,00050	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Bismut	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Beryllium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Barium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Blei	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Bor	<0,010	0,010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Cadmium	<0,00030	0,00030	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Calcium	<0,10	0,10	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Chrom ges.	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Cobalt	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Eisen ges.	<0,0050	0,0050	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Kalium	<0,10	0,10	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Kupfer	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Lithium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Magnesium	<0,10	0,10	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Mangan	<0,010	0,010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Molybdän	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Natrium	<0,10	0,10	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Nickel	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Phosphor ges.	<0,0050	0,0050	mg/l	DIN EN ISO 11885 (E22)
Quecksilber	<0,00020	0,00020	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Schwefel ges.	<0,50	0,50	mg/l	DIN EN ISO 11885 (E22)
Selen	<0,0020	0,0020	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Silber	<0,020	0,020	mg/l	DIN EN ISO 11885 (E22)
Strontium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Thallium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Tellur	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Titan	<0,0050	0,0050	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Vanadium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Wolfram	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Zink	<0,010	0,010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Zinn	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Platin	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Tantal	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)
Iridium	<0,0010	0,0010	mg/l	DIN EN ISO 17294-2 (E29)

Alle Analysewerte liegen unterhalb der Bestimmungsgrenze des Messverfahrens.

Alternativ kann das Reinigungsverfahren abgewandelt werden. Eine Variation mit halbkonzentrierten Säuren ist in der Gebrauchsanleitung der Dispensette® S Trace Analysis zu finden. Sollte die Reinigung nicht ausreichend sein, empfehlen wir, das Reinigungsverfahren zu wiederholen.