

### **Messmethode**

**ICP-OES** Inductively-Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry  
Hersteller: Varian, Australien; gehört jetzt zu Agilent Technologies, Inc. USA  
Typ: VISTA AX, mit axialer Beobachtungsrichtung der Optik zum Plasma

### **Elemente**

Mit dieser Messmethode können **70 Elemente** bis zur Ordnungszahl 83 plus Th und U simultan gemessen werden (siehe Sheet "Bestimmungsgrenzen").  
**Nicht** messbar sind **C, N, O, Tc, Pm, die Halogene und alle Edelgase**.

### **Proben**

Wir führen unsere Messungen an **flüssigen Proben** durch. Für eine Analyse benötigen wir mindestens **5-10 ml**. Wenn Sie nur geringere Probenvolumina haben, müssen wir die Proben verdünnen (Erhöhung der Bestimmungsgrenzen).  
Wenn Sie uns **feste Proben** bringen, benötigen wir etwa **1 g** (feine Späne oder Pulver). Wir schliessen dann die Proben mit entsprechenden Aufschlussmitteln auf. Am günstigen wäre, wenn Sie feste Proben selbst auflösen könnten. Bevorzugte Säuren sind **HNO<sub>3</sub> und HCl** (HF nur, wenn nichts anderes geht). Die Säurekonzentrationen in den Lösungen sollten im Bereich **0.2-2 M** liegen.  
Organische Lösungsmittel sind weniger gut geeignet. Sie müssen zum Messen stark verdünnt werden, was zu höheren Bestimmungsgrenzen führt.

### **Proben-Lieferung**

Liefern Sie flüssige Proben bitte in geschlossenen Gefässen (z.B. 15ml-Zentrifugenröhrchen PP, Zentralmagazin).  
Feste Proben können in Plastkbeutel (Mini-Grip), Dosen oder andere passende, leicht zu öffnende Behälter verpackt abgegeben werden.  
Bringen Sie die Proben direkt in Silvia Köchlis Labor (OFLG/205) oder schicken Sie diese mit der Post.  
Füllen Sie bitte den **"Werkstattauftrag"** aus (<https://intranet.psi.ch/PSI/FormulareEN>).

### **"Werkstattauftrag"**

Wichtige Angaben für uns sind **Kostenstelle, SAP-PSP Element, Name, Telefonnummer** und Informationen über die Probe(n):  
**Bezeichnung, Material, zu bestimmende Elemente und erwartete Konzentrationen, Matrixbestandteile, Säurekonzentration in der Lösung**  
**Matrix:** Bitte geben Sie an, wie in etwa ihre Proben zusammengesetzt sind. Das hilft uns bei festen Proben zu entscheiden, welches Aufschlussmittel am besten geeignet ist. Es ist auch essentiell für die Auswertung (z.B. wenn die Emissionslinien von Elementen in der Probe überlappen,...). Wenn Sie feste Proben selbst aufgelöst haben, geben Sie bitte auch die Säurekonzentration in der Lösung an.

### **Blanks**

Falls Sie die Proben selber lösen, bringen Sie bitte eine **Blank-Lösung (50ml)** (z.B. die Säurelösung, die Sie für den Aufschluss verwendet haben, ohne Probenmaterial). So können wir ggf. einen Verfahrensblank bestimmen oder die Standards direkt in Ihren Blanklösungen ansetzen.

### **Standards**

Das Gerät wird mit gekauften und den Proben angepassten ICP-OES-Standards geeicht. Ein Beispiel: Für die Bestimmung von Barium in Meerwasser setzen wir die Barium Standards auch in einer NaCl-Lösung an (mit einer Konzentration, die in etwa der in ihren Proben entspricht).

Für die Standardherstellung ist es daher sehr wichtig, dass wir die Zusammensetzung ihrer Matrix in etwa kennen.

### **Bestimmungsgrenzen**

Unsere Bestimmungsgrenzen entnehmen Sie bitte dem Tabellenblatt 2 ("Bestimmungsgrenzen").

Die Bestimmungsgrenze hängt stark von der Matrix, dem Messbereich, den für die Auswertung verwendeten Elementlinien und den Gerätebedingungen ab.

### **Fehler**

Der Analysenfehler beträgt bis zu  $\pm 5\%$  (Einwaage + Verdünnungen + Messung). Werte in der Nähe der Bestimmungsgrenze haben bis zu  $\pm 20\%$  Messfehler.

### **Resultate**

Die Resultate werden auf einem Daten-Blatt und oder als Excel-File abgegeben.

Die Massenangabe bezieht sich auf ppm =  $\mu\text{g}$  Element pro g Probe oder  $\mu\text{g}$  Element pro ml Probelösung.

### **Termine**

Die Aufträge werden üblicherweise in Reihenfolge ihres Eingangs bearbeitet.

Es dauert in der Regel einen Monat, bis die Resultate und Restproben wieder abgeholt werden können.

### **Kosten**

Die Kosten werden nach aufgewendeter Zeit berechnet und betragen **Fr. 84.- pro Stunde**.

Wenn die Probenmerkmale gut bekannt sind (Konzentration und Art der Matrix, erwartete Konzentration des Analyten), Sie die Matrix(Blank)lösung mitbringen und keine weiteren Störungen auftauchen, kann für bis zu 10 Proben mit ca. 4 h Arbeitszeit gerechnet werden (bei 1 bis 2 Elementen).

In die Arbeitszeit eingerechnet sind: Herstellung von angepassten Standards, Auflösen der Probe, Messzeit, Auswertung und Erstellen der Datenblätter.

Für weitere Fragen stehen wir Ihnen gerne zur Verfügung.

[silvia.koechli@psi.ch](mailto:silvia.koechli@psi.ch)

[anja.eichler@psi.ch](mailto:anja.eichler@psi.ch)

## Bestimmungsgrenzen

gemessen mit Zyklotron-Vernebler bei idealen

Bedingungen in wässriger, unverdünnter Messlösung.

Um die Bestimmungsgrenze im Probenmaterial zu erhalten, müssen die Werte mit Aufschluss-, Lösungs- und Verdünnungsfaktoren multipliziert werden.

Die Bestimmungsgrenze entspricht der 3-fachen Nachweisgrenze.

(ppm:  $\mu\text{g}$  Element pro  $\text{ml}$  Probenlösung)

Element	Bestimmungsgrenze ppm
Ag	0.002
Al	0.003
As	0.05
Au	0.01
B	0.01
Ba	0.0001
Be	0.0001
Bi	0.01
Ca	0.0002
Cd	0.001
Ce	0.004
Co	0.005
Cr	0.002
Cs	2
Cu	0.002
Dy	0.002
Er	0.002
Eu	0.001
Fe	0.001
Ga	0.01
Gd	0.001
Ge	0.05
Hf	0.002
Hg	0.01
Ho	0.01
In	0.05
Ir	0.02
K	0.005
La	0.001
Li	0.003
Lu	0.0005
Mg	0.0001
Mn	0.0002
Mo	0.003
Na	0.005

Element	Bestimmungsgrenze ppm
Nb	0.005
Nd	0.005
Ni	0.01
Os	0.01
P	0.05
Pb	0.02
Pd	0.003
Pr	0.01
Pt	0.03
Rb	0.02
Re	0.01
Rh	0.005
Ru	0.01
S	0.2
Sb	0.03
Sc	0.0003
Se	0.05
Si	0.01
Sm	0.003
Sn	0.02
Sr	0.00005
Ta	0.01
Tb	0.004
Te	0.1
Th	0.01
Ti	0.0004
Tl	0.03
Tm	0.002
U	0.02
V	0.001
W	0.02
Y	0.0002
Yb	0.0002
Zn	0.002
Zr	0.001