

Lothar Matter (Hrsg.)

# Elementspurenanalytik in biologischen Matrices

Mit Beiträgen von

Jutta Begerow, Lothar Dunemann, Peter Fecher,  
Lothar Matter, Peter Ostapczuk, Gisela Ruhnke,  
Markus Stoeppler

# Inhaltsverzeichnis

<b>Autorenverzeichnis</b>	<b>XIII</b>
<b>Vorwort</b>	<b>XV</b>
<b>1. Grundlegende Anforderungen für eine richtige Elementspurenanalytik</b> Gisela Ruhnke	<b>1</b>
<i>1.1 Einleitung</i>	1
1.2 Kontaminationsquellen in der Laborumgebung	2
1.2.1 Luft	2
1.2.2 Der Mensch	2
1.2.3 Einrichtung und allgemeines Verbrauchsmaterial	3
<i>1.3 Laborgeräte</i>	4
1.3.1 Auswahl	4
1.3.2 Reinigung	6
<i>1.4 Reagenzien, Standardlösungen, Verdünnungen</i>	7
1.4.1 Auswahl	7
1.4.2 Ansatz von Lösungen, Verdünnungen	8
<i>1.5 Der Weg einer Probe in der Praxis</i>	8
1.5.1 Probennahme	10
1.5.2 Probentransport und Probenlagerung	12
1.5.3 Probeneingang, Probenregistrierung, sensorische Prüfung	13
1.5.4 Probenvorbereitung	13
1.5.5 Aufschluß	15
1.5.6 Bestimmung der Elemente	19
1.5.7 Qualitätskontrolle und Qualitätssicherung	21
<i>1.6 Literatur</i>	26

<b>2. Probenvorbereitung</b>	<b>27</b>
Jutta Begerow und Lothar Dunemann	
2.1 <i>Einleitung</i>	27
2.1.1 Störungen durch Matrixeinflüsse	28
2.1.2 Ziel der Probenvorbereitung	29
2.1.3 Strategie der Spurenanalytik	29
2.2 <i>Vermeidung systematischer Fehler</i>	30
2.2.1 Genauigkeit = Präzision und Richtigkeit	30
2.2.2 Analysenstrategie	31
2.2.3 Spurenverluste und Kontaminationen	33
2.2.4 Anforderungen an Materialien und Chemikalien	34
2.3 <i>Probenvorbehandlung und-lagerung</i>	37
2.3.1 Stabilisierung, Trocknung, Lagerung	37
2.3.1.1 Trocknung wasserhaltiger Matrices	38
2.3.1.2 Spezielle Erfordernisse für die Lagerung von Blut	38
2.3.2 Homogenisierung und Aliquotierung	39
2.4 <i>DerAufschluß</i>	40
2.4.1 Systematik der Aufschlußtechniken	41
2.4.1.1 Aspekte der Arbeitssicherheit	43
2.4.1.2 Besonderheiten des Mikrowellen-unterstützten Aufschlusses	44
2.4.2 Naßaufschlußtechniken	45
2.4.2.1 Druckloser Naßaufschluß	45
2.4.2.1.1 Thermisch konvektiver Naßaufschluß	46
2.4.2.1.2 Mikrowellen-unterstützter Naßaufschluß	46
2.4.2.1.3 UV-Aufschluß (Photolyse)	48
2.4.2.2 Druckaufschluß	51
2.4.2.2.1 Thermisch konvektiver Druckaufschluß	52
2.4.2.2.2 Mikrowellen-unterstützter Druckaufschluß	53
2.4.3 Trockenaufschlußtechniken	56
2.4.3.1 Verbrennung in einer Luftatmosphäre	56
2.4.3.1.1 Trockene Veraschung im Muffelofen	56
2.4.3.1.2 Trockene Veraschung im Mikrowellenofen	57
2.4.3.2 Verbrennung in einer Sauerstoffatmosphäre	57
2.4.3.2.1 Drucklose Verbrennung	57
2.4.3.2.2 Verbrennung in geschlossenen Gefäßen	58
2.4.3.3 Veraschung mit angeregtem Sauerstoff (Kaltplasmaveraschung)	58
2.4.4 Beispiele aus der Praxis	59
2.4.4.1 Anwendung für ausgewählte Bestimmungsverfahren	59
2.4.4.2 Kombinationen mehrerer Aufschlußtechniken	61

2.4.4.3	Vergleich von Aufschlußtechniken	61
2.4.4.4	Aufschlußverfahren für Nichtmetalle	63
2.5	<i>Anreicherung und Trennung (Clean-up)</i>	64
2.5.1	Flüssig/Flüssig-Extraktion	64
2.5.2	Festphasenextraktion	67
2.5.3	Extraktion mit überkritischen Fluiden (SFE)	71
2.5.4	Sonstige Anreicherungstechniken	72
2.6	<i>Automation</i>	73
2.7	<i>Direktverfahren</i>	73
2.8	<i>Auswertung und Bewertung von Analysendaten</i>	74
2.8.1	Vollständigkeit	74
2.8.2	Richtigkeit	74
2.8.3	Zeitbedarf	75
2.8.4	Fazit	76
2.9	<i>Literatur</i>	77
<b>3.</b>	<b>Atomabsorptionsspektrometrie</b>	<b>85</b>
	Markus Stoepler	
3.1	<i>Einleitung</i>	85
3.2	<i>Meßprinzip</i>	87
3.2.1	Grundlagen	87
3.2.2	Aufbau eines Atomabsorptionsspektrometers	88
3.2.3	Untergrundkorrektur	89
3.2.4	Bezugskurve, charakteristische Konzentration/Masse	91
3.3	<i>Instrumentation</i>	92
3.3.1	Flamme	92
3.3.2	Elektrothermische Atomisierung	95
3.3.2.. 1	Einzelementgeräte	95
3.3.2..2	Mehrelementgeräte	100
3.3.3	Hydrid/Kaltdampftechniken	101
3.3.4	Fließsysteme	106
3.4	<i>Probennahme und Probenvorbereitung</i>	108
3.4.1	Probennahme	108
3.4.2	Aufschluß	111
3.4.3	Anreicherung und Trennung	111
3.5	<i>Anwendungsbeispiele</i>	114
3.5.1	Flammen-AAS	115
3.5.2	Elektrothermale AAS (ET-AAS) mit dem Graphitrohrföfen	116
3.5.2., 1	Prinzipielles	117
3.5.2..2	Direktbestimmungen	121
3.5.2..3	Bestimmungen nach Aufschluß	126

3.5.3	Hydrid- und Kaltdampf verfahren	127
3.5.4	Direkte Feststoffeingabe	130
3.5.4.1	Beispiele	133
3.5.5	Aufschlamm (Slurry-)Technik	135
3.6	<i>Bestimmung der Verbindungsform (Speziation)</i>	140
3.6.1	Direkte (semiquantitative) Verfahren	141
3.6.2	Kopplungsverfahren	142
3.7	<i>Verfahrensvalidierung</i>	145
3.7.1	Interne Qualitätskontrolle	145
3.7.2	Externe Qualitätskontrolle	148
3.7.3	Referenzmaterialien	149
3.8	<i>Literatur</i>	150
<b>4.</b>	<b>ICP-Massenspektrometrie</b>	<b>167</b>
	Peter Fecher	
4.1	<i>Einleitung</i>	167
4.2	<i>Grundlagen</i>	168
4.2.1	Historie	168
4.2.2	Induktiv gekoppeltes Plasma (ICP)	168
4.2.3	Ionenextraktion und Detektion	169
4.2.4	Probenezuführung	169
4.3	<i>Systemoptimierung</i>	170
4.3.1	Probenezuführung	170
4.3.2	Zerstäuber	172
4.3.3	Zerstäuberkammer	173
4.3.4	Lochblenden	174
4.3.5	Detektorspannung	177
4.3.6	Meßart und Nachweisvermögen	178
4.4	<i>Gerätekalibrierung</i>	180
4.4.1	Massenempfindlichkeitskurve	180
4.4.2	Externe Kalibrierung und Standardaddition	181
4.4.3	Kalibrierung bei Isotopenmessungen	182
4.5	<i>Störungen</i>	183
4.5.1	Masseninterferenzen auf Cadmiumisotope	185
4.5.2	Masseninterferenzen bei monoisotopischen Elementen	186
4.5.3	Masseninterferenzen im extremen Spurenbereich	189
4.6	<i>Anwendungsbeispiele</i>	191
4.6.1	Übersichtsanalysen	191
4.6.2	Aufschlußbedingungen bei biologischem Material	194
4.6.3	Elementspurenbestimmung in Fischen	196
4.6.4	Iodbestimmung in Lebensmitteln	198

4.7	<i>Kontrollmaßnahmen</i>	200
4.7.1	Gefäßmaterialien und Kontaminationen	200
4.7.2	Referenzmaterialien und Vergleichsmethoden	204
4.8	<i>Ausblick</i>	206
4.9	<i>Literatur</i>	207
<b>5.</b>	<b>Elektrochemische Elementbestimmung in Umweltproben</b>	209
	Peter Ostapczuk	
5.7	<i>Grundlagen der Elektroanalytik</i>	209
5.	.1 Polarographie	210
5.	.2 Inversvoltammetrie	212
5.	.13 Kathodische stripping Voltammetrie	213
5.	.14 Potentiometrische stripping Analyse	214
5.	.15 Constant Current stripping Analyse	214
5.	.16 Ionenselektive Elektroden	215
5.2	<i>Flüssige Umweltproben</i>	216
5.2.1	Natürliche Gewässer	219
5.2.1 1	Meerwasser	220
5.2.1 2	Flußwasser	223
5.2.1 3	Regenwasser	224
5.3	<i>Feste Umweltproben</i>	225
5.3.1	Homogenisieren und Trocknen	229
5.3.2	Aufschlußmethoden	229
5.3.3	Sedimente und Böden	232
5.3.4	Wasserpflanzen	239
5.3.5	Bäume und Pflanzen	241
5.3.5 1	Baumblätter	242
5.3.6	Tiere	244
5.3.6 1	Muscheln	244
5.3.6 2	Fische	247
5.3.6 3	Eier der Silbermöve und der Stadtaube	249
5.4	<i>Schlußfolgerungen</i>	251
5.5	<i>Literatur</i>	252

<b>6. Qualitätskontrolle</b>	<b>253</b>
Lothar Matter	
6.1 <i>Einleitung</i>	253
6.2 <i>Fehlererkennung</i>	255
6.2.1 Zufälliger Analysenfehler	256
6.2.2 Systematische Analysenfehler	257
6.3 <i>Schlußfolgerungen</i>	258
6.4 <i>Literatur</i>	258
 Index	 261