

Von der Fachhochschule Darmstadt
Fachbereich Chemische Technologie

genehmigte

Diplomarbeit

von

Andreas Sautier

INSTITUT WAR – Bibliothek –
Wasserversorgung, Abwassertechnik,
Abfalltechnik und Raumplanung
Technische Hochschule Darmstadt
Petersenstraße 13, 64287 Darmstadt
TEL. 0 6151 / 16 36 59 + 16 27 48
FAX 0 6151 / 16 37 58

Spektrometrie mit CCD-Detektor

Bestimmung der Verfahrenskenngrößen an einem ICP-OES mit
CCD-Detektor und Untersuchung auf Gleichwertigkeit von
Flammen- und Graphitrohr-AAS

Referent: Dr. rer. nat. Wolfgang Fichtner

Korreferent: Dr. rer. nat. Volker Wiskamp

Diese Diplomarbeit wurde in der Zeit vom 1. August 1994 bis zum 16. Dezember 1994
an der Hessischen Landesanstalt für Umwelt in Wiesbaden angefertigt.

Inhalt

1 Einleitung und Aufgabenstellung	7
2 Abkürzungen und Kurzbegriffe	8
3 Formelzeichen	9
4 Kurze geschichtliche Einleitung in die ICP-OES	11
5 Grundlagen der ICP-OES	12
5.1 Allgemeines	12
5.2 Allgemeiner Aufbau eines ICP-OES	16
5.2.1 Verschiedene Zerstäuberarten	17
5.2.2 Probenzuführung mittels peristaltischer Pumpe	22
5.2.3 Die Zerstäuberkammer	23
5.2.4 Die ICP-Torch und ihre induktive Anregungseinheit	25
5.2.5 Das Plasma und seine Aufgabe	28
5.2.6 Die Optik eines Emissionsspektrometers	32
5.2.7 Strahlungsempfänger	37
5.3 Störungen	38
5.3.1 Interferenzen	38
5.3.2 Untergrundstörungen	39
5.3.3 Auswertung von Spektren	40
6 Das Optima 3000	41
6.1 Die Optik und Detektortechnik des Optima 3000	42
6.2 Das Probenzuführungssystem des Optima 3000	46
6.3 Die ICP-Torch und der HF-Generator des Optima 3000	46
7 Die Atom-Absorptions-Spektroskopie	47
7.1 Die Flamme als Atomisierungseinrichtung	50
7.2 Die Graphitrohr-Technik	51

8 Versuchsdurchführungen und Auswertungen	53
8.1 Erklärung einiger Begriffe nach DIN 32645 [21] und DIN 38402 [34]	53
8.2 Kurzer Überblick über die Vorgehensweise im Praktischen Teil der Arbeit	54
8.3 Ermittlung der Verfahrenskenngrößen	55
8.3.1 Berechnungen zur Ermittlung der Verfahrenskenngrößen	57
8.4 Überprüfung des Arbeitsbereiches vom Optima 3000 auf Linearität	64
8.5 Prüfung auf Gleichwertigkeit von ICP-OES und AAS anhand derselben Proben	67
8.5.1 Berechnungen zur Untersuchung auf Gleichwertigkeit der Analyseverfahren ICP-OES und AAS anhand derselben Proben	69
9 Untergrund - Störungen	72
10 Nachteile beim Messen mit dem Optima 3000	74
11 Ergebnisse	77
11.1 Ergebnis bei der Ermittlung der Kenngrößen	77
11.2 Ergebnisse bei den Untersuchungen auf Gleichwertigkeit der Analysenverfahren	79
11.3 Schlußbemerkung	81
12 Verzeichnis des Anhanginhaltes	82
13 Quellennachweis	142
13.1 Literaturverzeichnis	142
13.2 Bilderverzeichnis	145