Herausforderung
Zuverlässige und robuste Bestimmung von Spuren von As, Hg, Sb und Se in Wasser

Lösung
Kopplung des PlasmaQuant 9200 Elite mit Hydridsystem HS PQ Pro zur matrixunabhängigen Bestimmung umweltrelevanter Elemente bis in in den sub-µg/L-Bereich

Zielpublikum
Umweltwissenschaftler, Fachleute für Wasser-qualitätskontrolle, Aufsichts-behörden, Fachleute aus der Wasseraufbereitungsbranche und Akademiker/Studenten in verwandten Bereichen

Analyse von hydridbildenden Elementen in Wasser mittels HR-Array ICP-OES mit dem Hydridsystem HS PQ Pro

Einleitung

Sauberes und frisches Trinkwasser ist entscheidend für die Erhaltung des Lebens. Um den Schutz der menschlichen Gesundheit zu gewährleisten, haben verschiedene Behörden, wie die US-Regierung und die Europäische Union, Normen für die Trinkwasserqualität festgelegt. Diese Normen legen die zulässigen Höchstwerte für Verunreinigungen fest. Die Bewertung der Trinkwasserqualität erfolgt anhand von Standardverfahren wie der US-EPA-Methode 200.7 und ISO 11885. Die optische Emissionsspektrometrie mittels induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) ist aufgrund ihrer Fähigkeit, mehrere Elemente zu analysieren, ihres hohen dynamischen linearen Bereiches und ihrer Empfindlichkeit eine weit verbreitete Technik für die Qualitätskontrolle von Trinkwasser. Herkömmliche Probenzuführungssysteme (einschließlich Zerstäuber und Sprühkammern) erreichen jedoch häufig nicht die erforderliche analytische Leistungsfähigkeit für toxische Elemente wie Arsen, Antimon, Quecksilber und Selen. Um die Nachweisbarkeit dieser Elemente zu verbessern, kann ein Probeneinführungssystem zur Erzeugung von Hydriden eingesetzt werden. Hierbei werden die Zielelemente durch Einsatz von Reduktionsmitteln wie Natriumborhydrid in gasförmige, flüchtige Hydride umgesetzt. In diesem Zusammenhang stellen wir die Möglichkeiten des HR-Array ICP-OES PlasmaQuant 9200 Elite, gekoppelt mit dem Hydridsystem HS PQ Pro, für die Bestimmung von hydridbildenden Elementen vor. Diese Kombination verbessert die Empfindlichkeit, Präzision und Genauigkeit der Messung von Arsen, Antimon, Quecksilber und Selen in Trinkwasserproben erheblich.

Material und Methoden

Probenvorbereitung

Da die Ausbeute des gebildeten Hydrids abhängig von der Oxidationsstufe des jeweiligen Elementes ist, wurden drei Probenvorbehandlungsstrategien angewandt. As(III) und Sb(III) wurden nach Inkubation (Raumtemperatur (RT), 45 min) mit Kaliumiodid und Ascorbinsäure in Salzsäure (HCl, Suprapur®) bestimmt. Zur Bestimmung von Hg(II) wurden die Proben mit HCl und Salpetersäure (HNO_3, Suprapur®) stabilisiert. Se(IV) wurde nach Behandlung der Proben mit HCl (Suprapur®) und anschließender Inkubation (90 °C, 45 min) nachgewiesen. Die Kalibrierstandards wurden unter Verwendung von Einzelelementstandards (1000 mg/l, Sigma-Aldrich) hergestellt und die Nachweisgrenzen (NWG) wurden mittels Leerwertmethode aus der wässrigen Matrix ermittelt.

Tabelle 1: Vorreduktionsverfahren für die Probenvorbereitung

Verfahren	Element (Oxidationsstufe)	Reagenzien	Bedingungen
1	As(III)	KI, Ascorbinsäure, HCl	RT, 45 min
	Sb(III)		
2	Hg(II)	Stabilisierung mit HCl/HNO_3	RT
3	Se(IV)	HCl	90 °C, 45 min

Geräteeinstellungen und Methodenparameter

Für die Messungen wurde das ICP-OES PlasmaQuant 9200 Elite, ausgestattet mit dem Hydridsystem HS PQ Pro, verwendet. Der Basisblock des HS PQ Pro trägt die beiden Misch- und Reaktionseinheiten (Abbildung 1). Die angesäuerte Probe und das Reduktionsmittel werden in die erste Einheit gepumpt und dort vermischt. In der anschließenden Reaktionsschleife wird die Probe reduziert und gasförmiges Metallhydrid oder atomarer Quecksilberdampf freigesetzt.
In der zweiten Einheit wird dem Gas/Flüssigkeitsgemisch Argon zugesetzt und in die Sprühkammer transportiert.

Tabelle 2: Geräteeinstellungen

Parameter	Spezifikationen 9100 Elite	Spezifikationen 9200 Elite
Plasma-Leistung	1350 W	1400 W
Plasmagasfluss	14 l/min	10 l/min
Hilfsgasfluss	0,5 l/min	
Zerstäubergasfluss	0,5 l/min	
Äußeres Rohr/inneres Rohr	Quarz/Quarz	
Injektor	Quartz, ID: 2 mm	
Pumpschlauch	PVC (black, black)	
Pumprate Probe	4,0 ml/min	
Verzögerungszeit	60 s	
Torch-Position	0 mm	

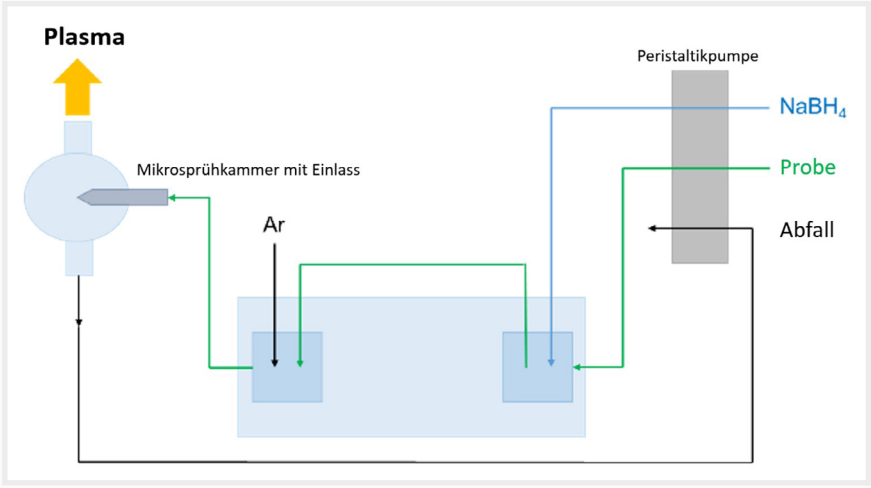

Abbildung 1: Schematische Darstellung des Hydridsystems HS PQ Pro

Tabelle 3: Methodenparameter

Element	Linie [nm]	Plasma-beobachtung	Integrations-Modus	Messzeit [s]	Auswertung			
					Anzahl Pixel	Grundlinien-anpassung	Polynomgrad	Korrektur
As	188,979	axial	Peak	10	3	statisch	auto	-
Hg	184,886	axial	Peak	10	3	ABC[1]	auto	-
Sb	217,581	axial	Peak	10	3	statisch	auto	-
Se	196,028	axial	Peak	10	3	statisch	auto	-

[1] **A**utomated **B**aseline **C**orrection

Kalibrierung

Tabelle 4: Konzentrationen der Kalibrierstandards für die Analyse

Element	Einheit	Kal. 0	Std. 1	Std. 2	Std. 3	Std. 4	Std. 5
As, Hg, Sb, Se	µg/l	0	0,5	1,0	2,0	5,0	10

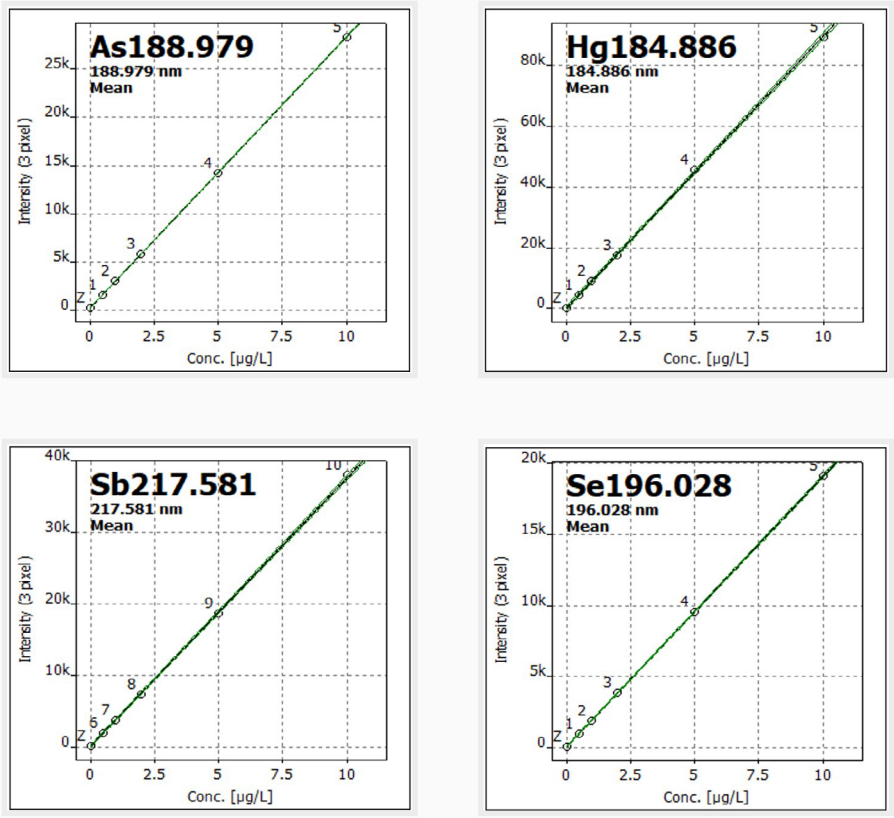

Abbildung 2: Kalibrierkurven von As, Hg, Sb und Se

Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 5: Mit dem HS PQ Pro in Kombination mit dem PQ 9200 Elite erzielte Nachweisgrenzen (NWG) für Hydridelemente. Dargestellt sind die Wiederfindungsraten einer Aufstockung von 1 µg/l in einer Leitungswasserprobe.

Element/Linie	NWG [µg/l]	Gemessen in Leitungswasser [µg/l]	Messwert nach Aufstockung [µg/l]	Wiederfindung [%]
As188	0,033	0,086	1,07	98
Hg184	0,007	0,031	0,946	92
Sb217	0,035	0,049	1,01	96
Se196	0,034	0,051	1,04	99

Tabelle 6: Quantitative Ergebnisse für die Standardreferenzmaterialien (SRMs) NIST1640a und 1643f

Element/ Line	NIST 1640a				NIST 1643f			
	zertifiziert [µg/l]	gemessen [µg/l]	Wiederfindung [%]	RSD [%]	zertifiziert [µg/l]	gemessen [µg/l]	Wiederfindung [%]	RSD[1] [%]
As188	8,075	7,954	99	0,5	57,42	56,96	99	0,2
Hg184	-	-	-	-	-	-	-	
Sb217	5,105	5,244	103	0,4	55,45	54,27	98	0,5
Se196	20,13	19,24	96	0,3	11,70	11,30	97	1,0

[1] Relative Standardabweichung

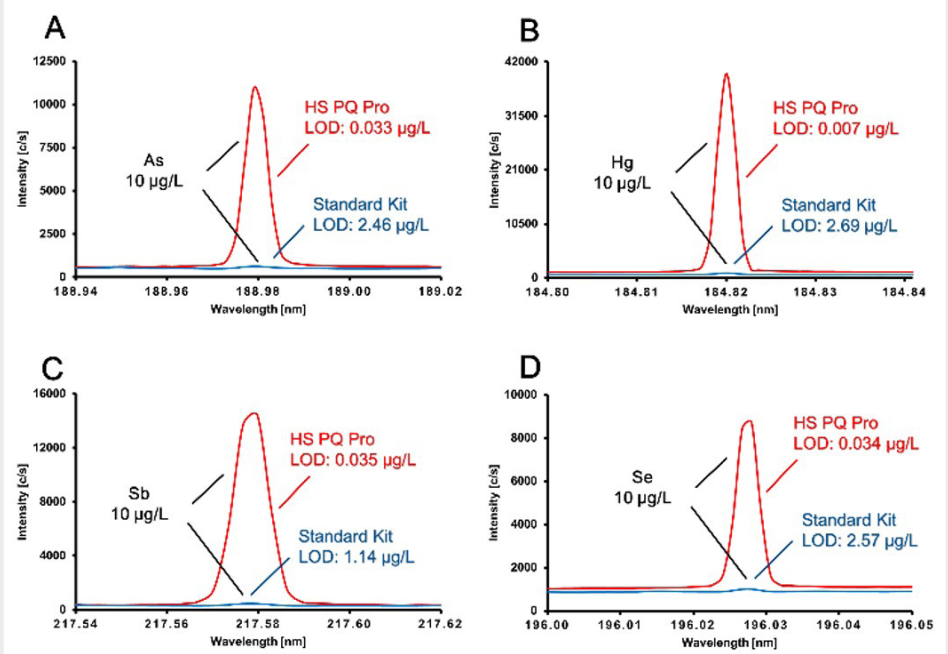

Abbildung 3: Vergleich der Signalintensitäten und Nachweisgrenzen (NWG, engl. LOD), die mit einer normalen Probenzuführung (blau, konzentrischer Zerstäuber und Zyklon-Sprühkammer) oder mit dem Hydridsystem HS PQ Pro (rot) für As188 (A), Hg184 (B), Sb 217 (C) und Se196 (D) erzielt wurden

Zusammenfassung

Durch zusätzliche Nutzung des HS PQ Pro wird die einzigartige Empfindlichkeit des HR-Array ICP-OES PlasmaQuant 9200 Elite weiter verbessert. Hierdurch können Nachweisgrenzen von weniger als 40 ng/l für die Hydridelemente Antimon, Arsen, Quecksilber und Selen erreicht werden. Somit stellt diese Technik eine einfach zu implementierende Lösung für Laboratorien dar, die verbesserte Nachweisgrenzen für hydridbildende Elemente benötigen, um die Wasserqualität zu gewährleisten.

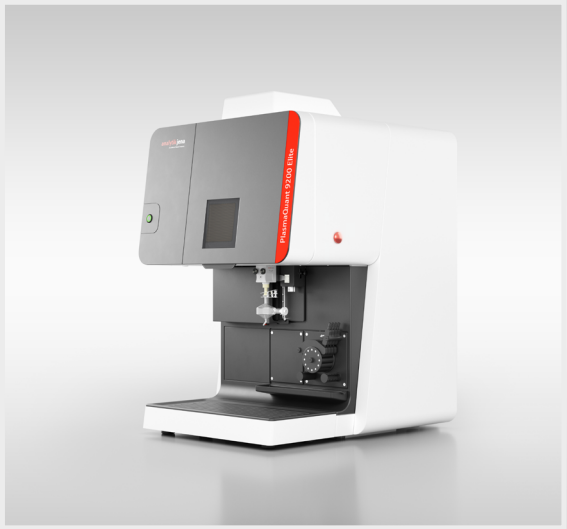

Abbildung 4: PlasmaQuant 9200 Elite

Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 7: Übersicht benötigter Geräte, Zubehöre und Verbrauchsmaterialien

Artikel	Artikelnummer	Beschreibung
PlasmaQuant 9200 Elite	818-09201-2	Hochauflösende ICP-OES
Standard Kit	810-88040-0	Empfohlenes Probeneinführungssystem für allgemeine Proben
Hydride system HS PQ Pro für die PlasmaQuant 9x00 Series	810-88032-0	Hydridsystem für ICP OES mit kontinuierlicher Zugabe von Reduktionsmittel zur Bestimmung von hydridbildenden Elementen und anderen Elementen aus demselben Lauf (ohne Wechsel des Probenzuführungssystems)

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.
Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

Unternehmenshauptsitz
Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com
www.analytik-jena.com

Version 1.2 · Autor: SaSp, KaKl/AnBe
de · 02/2026
© Analytik Jena GmbH+Co. KG | Bilder ©: Adobe Stock/IndigoElf