



Herausforderung

Bestimmung von Cd, Pb, Ni, Cu, Zn, Mn und Cr in Klärschlamm.

Lösung

Verlässliche Routineanalytik mit dem Flammen-AAS novAA 800 F.

Bestimmung von toxischen und ökotoxischen Elementen in Klärschlamm mit Flammen-AAS

Einleitung

Ein globaler Anstieg der Industrialisierung und eine ständig steigende Nachfrage nach neuartigen Materialien und Produkten führt in vielen Regionen der Welt zur Freisetzung schädlicher oder giftiger Verbindungen in die Umwelt.

Toxische Metalle wie Cadmium, Blei oder Chrom sowie hohe Konzentrationen anderer potenziell schädlicher Elemente, z.B. Nickel oder Kupfer, gelangen häufig über Klärschlamm aus Industrieanlagen in Ökosysteme. Mögliche Verschmutzungsquellen neben dem gezielten Ausbringen von Klärschlamm können auch Leckagen in Rohren, Reaktoren und anderen Industrieanlagen sein. Eine genaue Überwachung von Klärschlamm ist daher wichtig, um die Einhaltung der gesetzlichen Grenzwerte zu gewährleisten und ein gezieltes Eingreifen bei potenziellen Gefahren zu ermöglichen.

Dieser Applikationsbericht beschreibt eine einfache und robuste Flammen-AAS-Methode für die Routineanalyse von Cadmium, Blei, Nickel, Kupfer, Zink, Mangan und Chrom in Klärschlamm für Industrie- und Routinelabore mit Hilfe des Flammen-AAS-Geräts novAA 800 F.

Material und Methoden

Proben und Reagenzien

Zwei Referenzmaterialien für Klärschlamm, BCR 143R und BCR 146R, mit bekannten Analytkonzentrationen wurden analysiert, um die Leistungsfähigkeit und Anwendbarkeit der Methode zu zeigen.

Probenvorbereitung

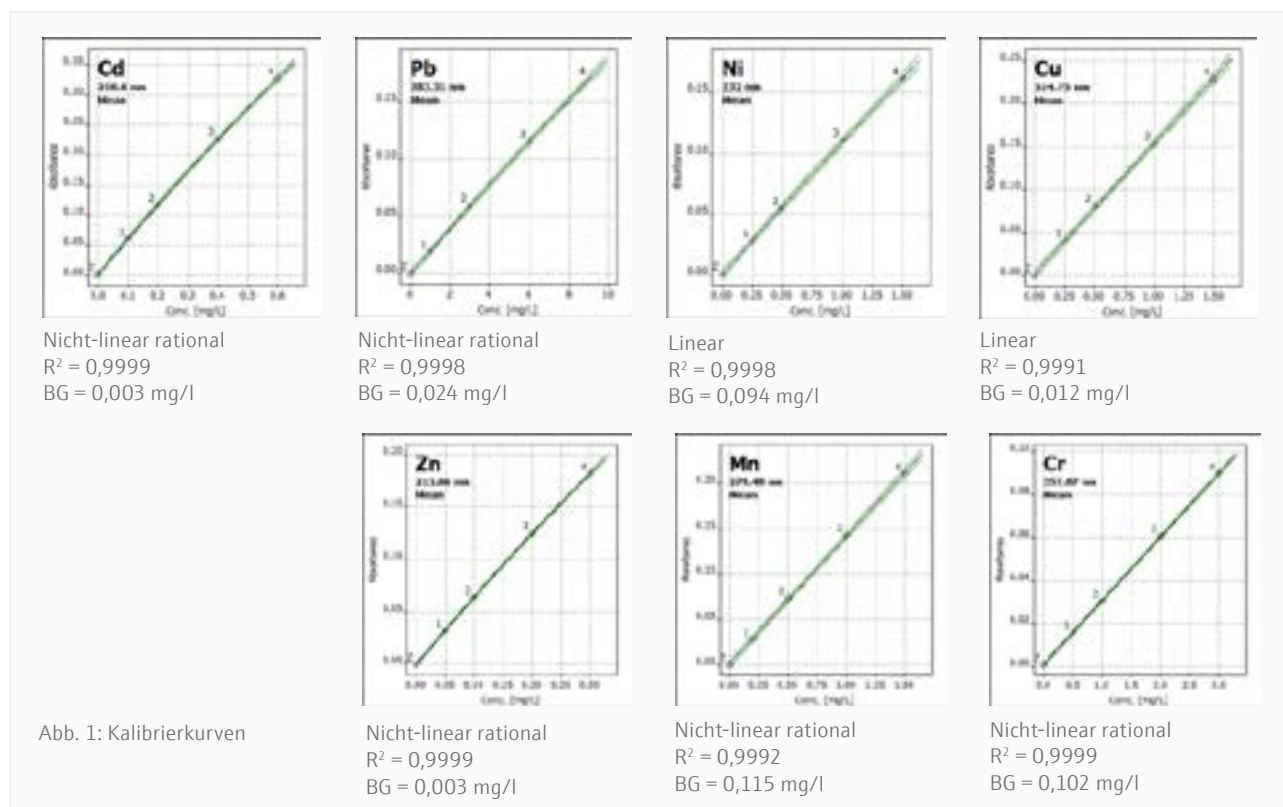
Die Proben wurden nach ISO 15587-1 mit dem Mikrowellensystem TOPwave (Gefäßtyp PM60) vorbereitet. Ca. 0,5 g der Referenzproben wurden in 6 ml Königswasser als Aufschlussmittel aufgeschlossen, in einen Messkolben überführt und mit entionisiertem Wasser auf 50 ml aufgefüllt. Falls die Extraktion potenziell austretender nitroser Gase während des Aufschlusses mit Königswasser nicht gewährleistet werden kann, kann auch ISO 15587-2 mit Salpetersäure als Aufschlussmittel angewendet werden. Alternativ kann die Probe in einem Becherglas auf einer Heizplatte aufgeschlossen werden. Silikone oder bestimmte organische Verbindungen des Klärschlammes können in diesem Fall jedoch nicht vollständig aufgeschlossen werden.

Kalibrierung

Es wurde eine externe Kalibrierung mit wässrigen Standards durchgeführt. Die Standards wurden manuell unter Verwendung von 1 % HCl und 0,1 % CsCl/LaCl₃ mit den in Tabelle 1 angegebenen Analytkonzentrationen hergestellt. Alternativ können die Standards vom Probengeber mit Hilfe der automatischen Verdünnungsfunktion aus einer Stammlösung hergestellt werden. Die Bestimmungsgrenze (BG) wurde aus der 3-fachen Nachweisgrenze (NWG), die methodenspezifische Nachweisgrenze (NWG) aus der 3-fachen Standardabweichung der 11-fachen Messung des Aufschlussblindwerts berechnet.

Tabelle 1: Konzentrationen der Kalibrierstandards

Standard	Konzentration [mg/l]						
	Cd	Pb	Ni	Cu	Zn	Mn	Cr
Cal. 0	0	0	0	0	0	0	0
Cal. Std. 1	0.1	1	0.25	0.5	0.1	0.2	0.5
Cal. Std. 2	0.2	3	0.5	1	0.2	0.5	1
Cal. Std. 3	0.4	6	1	1.5	0.4	1	2
Cal. Std. 4	0.6	9	1.5	2	0.5	1.5	3



Instrumente

Die Messungen wurden mit einem novAA 800 F Flammen-AAS durchgeführt, ausgestattet mit dem Injektionsschalter SFS 6.0 und einem AS-FD Probengeber mit automatischer Verdünnungsfunktion. Für die Acetylen/Luft-Flamme wurde ein 100 mm-Brennerkopf und für die Acetylen/Lachgas-Flamme ein 50 mm-Brennerkopf verwendet. Während des Betriebs der Acetylen/Lachgas-Flamme sorgt der automatische Brennerkopfreiniger, der Scraper, in regelmäßigen Abständen für die automatische Entfernung von Kohlenstoffablagerungen vom Brennerschlitz.

Geräteeinstellungen und Methodenparameter

Tabelle 2: Geräteeinstellungen und Methodenparameter

Element	Wellenlänge [nm]	Spalt [nm]	Lampenstrom [mA]	Brennerbreite [mm]	Brennerhöhe [mm]	Flammentyp	Brenngasfluss [l/h]
Cd	228,8	1,2	2	100	9	C ₂ H ₂ /Luft	40
Pb	283,3	1,2	4	100	7	C ₂ H ₂ /Luft	50
Ni	232,0	0,2	5	100	7	C ₂ H ₂ /Luft	50
Cu	324,7	1,2	5	100	6	C ₂ H ₂ /Luft	45
Zn	213,9	0,8	2	100	5	C ₂ H ₂ /Luft	50
Mn	279,5	0,2	5	100	9	C ₂ H ₂ /Luft	55
Cr	357,9	0,8	4	50	5	C ₂ H ₂ /N ₂ O*	210

*) Cr als Refraktärmetall erfordert höhere Zerstäubungstemperaturen, daher kann ein C₂H₂/N₂O-Gasgemisch und ein 50 mm-Brennerkopf für die Cr-Analyse von Vorteil sein

Ergebnisse und Diskussion

Die Ergebnisse der Analyse der beiden zertifizierten Referenzmaterialien für industriellen Klärschlamm, BCR 143R und BCR 146R, zeigen eine sehr gute Übereinstimmung von 94 bis 103 % mit den zertifizierten Werten (Tabelle 3). Alle Elemente konnten durch externe Kalibrierung mit wässrigen Standards in verdünnten oder unverdünnten Proben quantifiziert werden.

Tabelle 3, Teil 1: Ergebnisse der Analyse der zertifizierten Referenzmaterialien für industriellen Klärschlamm

Probe	Element	Verdünnungsfaktor	Gemessene Konzentration [mg/kg]	Relative Standardabweichung [%]	Zertifizierte Konzentration [mg/kg]	Wiederfindungsrate [%]
Klärschlamm BCR 143 R	Cd	3	71,8	0,6	72,0	100
	Pb	2	174	3,7	174	100
	Ni	3	290	3,4	296	98
	Cu	2	125,7	0,6	128	96
	Zn	50	1061	2,5	1063	100
	Mn	15	848	0,6	858	99
	Cr	4	419	1,2	426	98

Tabelle 3, Teil 2: Ergebnisse der Analyse der zertifizierten Referenzmaterialien für industriellen Klärschlamm

Probe	Element	Verdünnungs- faktor	Gemessene Kon- zentration [mg/kg]	Relative Standard- abweichung [%]	Zertifizierte Konzentration [mg/kg]	Wiederfindungs- rate [%]
Klärschlamm BCR 146 R	Cd	2	18,7	0,8	18,4	102
	Pb	2	554	2,0	583	95
	Ni	1	64,9	2,8	65	100
	Cu	10	817	0,8	831	98
	Zn	200	2975	1,9	3040	98
	Mn	10	299	2,1	298	100
	Cr	2	179	1,9	174	103

Zusammenfassung

Das novAA 800 F ermöglicht die schnelle, einfache und robuste Bestimmung von toxischen und ökotoxischen Elementen in aufgeschlossenen Klärschlammproben. Eine sehr gute Übereinstimmung der Ergebnisse mit den Werten von zwei zertifizierten Referenzmaterialien (94-103 %) sowie niedrige Standardabweichungen belegen die Eignung des Analyseverfahrens einschließlich des mikrowellenunterstützten Aufschlusses.

Die kontinuierliche Spülfunktion des Injektionsschalters SFS 6.0 vermindert die Verschleppung bei hohen Salz- und Matrixgehalten. Beim Betrieb der Lachgasflamme sorgt die automatische Reinigung des Brennerkopfes durch den Scraper für stabile Analysebedingungen und führt damit zu sehr gut reproduzierbaren Ergebnissen. Die Verwendung des Probengebers mit integrierter Verdünnungsfunktion und automatischer Kalibrierung reduziert den manuellen Aufwand und ermöglicht schnelle und präzise Ergebnisse.

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.