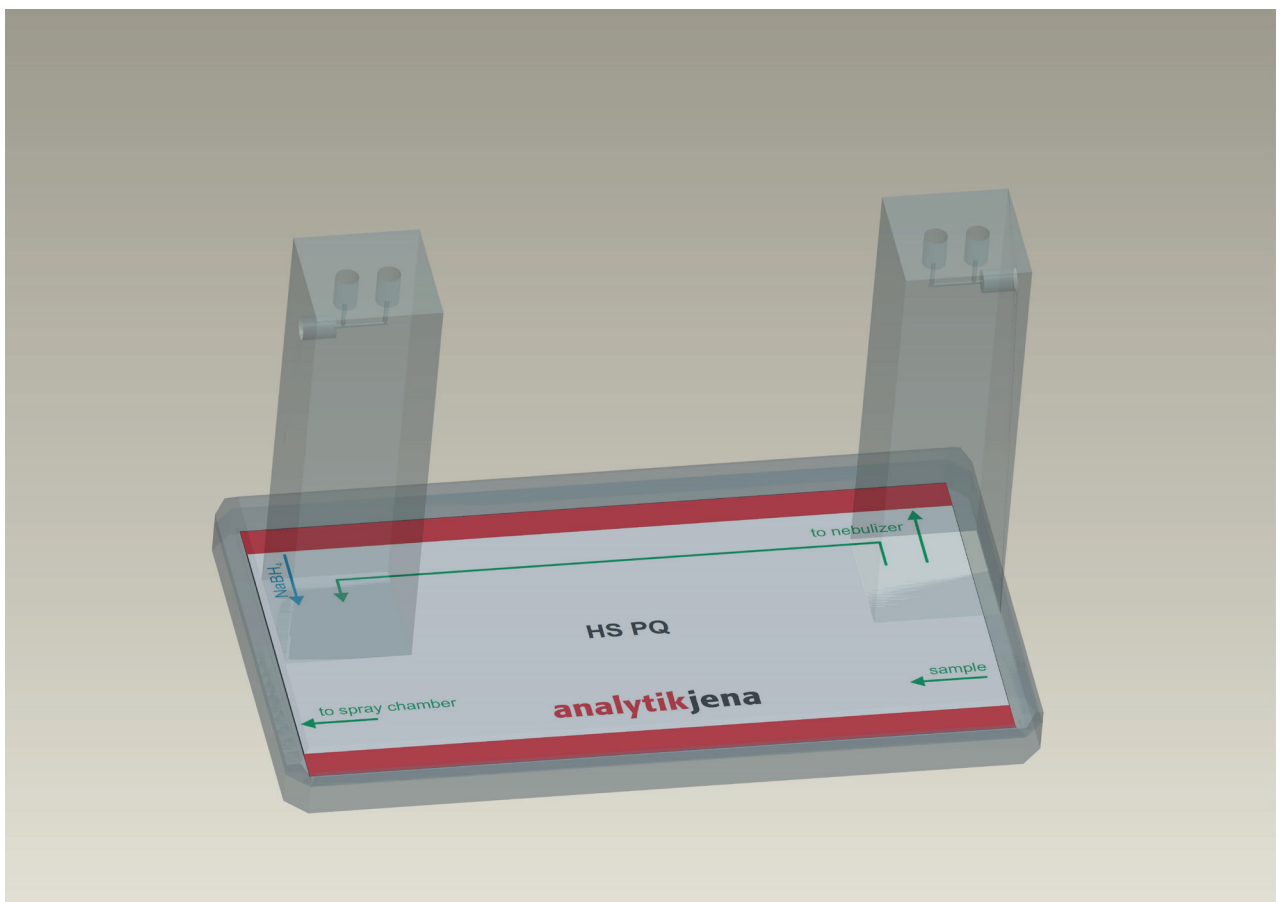


Bedienungsanleitung

HS PQ

Hydridsystem für ICP-OES



Hersteller Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str.1
07745 Jena · Deutschland
Telefon + 49 3641 77 70
Fax + 49 3641 77 92 79
E-Mail info@analytik-jena.com

Service Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Str. 1
07745 Jena · Deutschland
Telefon + 49 3641 / 77-7407 (Hotline)
E-Mail service@analytik-jena.com

Allgemeine Informationen <http://www.analytik-jena.com>

Copyrights und Warenzeichen PlasmaQuant ist ein in Deutschland eingetragenes Warenzeichen der Analytik-Jena. Auf die Kennzeichnung ® oder TM wird in diesem Handbuch verzichtet.

Dokumentationsnummer 10-1700-171-23

Ausgabe B (07/2023)

Ausführung der Technischen Dokumentation Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Inhalt

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | Grundlegende Informationen | 5 |
| 1.1 | Hinweise zur Benutzeranleitung | 5 |
| 1.2 | Bestimmungsgemäße Verwendung | 5 |
| 1.3 | Gewährleistung und Haftung | 6 |
| 2 | Sicherheitshinweise..... | 7 |
| 2.1 | Grundlegende Hinweise..... | 7 |
| 2.2 | Anforderungen an das Bedienpersonal..... | 7 |
| 2.3 | Sicherheitshinweise Transport | 7 |
| 2.4 | Sicherheitshinweise Betrieb | 8 |
| 2.4.1 | Allgemeines | 8 |
| 2.4.2 | Umgang mit Proben und Reagenzien | 8 |
| 3 | Technische Beschreibung | 9 |
| 3.1 | Funktionsprinzip | 9 |
| 3.2 | Aufbau des HS PQ..... | 9 |
| 3.3 | Typenschild | 11 |
| 4 | Installation und Inbetriebnahme..... | 12 |
| 5 | Bedienung | 14 |
| 5.1 | Reagenzien- und Probenvorbereitung | 14 |
| 5.2 | Messung durchführen..... | 15 |
| 5.2.1 | Methode für die Bestimmung mit dem HS PQ erstellen..... | 15 |
| 5.2.2 | Einstellungen der Plasma-Zündbedingungen..... | 17 |
| 5.2.3 | Systemdichtheit des HS PQ prüfen und Plasma zünden..... | 17 |
| 6 | Applikative Hinweise..... | 19 |
| 6.1 | Vorbereitung von Proben und Standards..... | 19 |
| 6.1.1 | Reduktion von Arsen (V) zu Arsen (III) | 19 |
| 6.1.2 | Oxidation von Arsen (III) zu Arsen (V) | 19 |
| 6.1.3 | Vorbehandlung von Antimon | 19 |
| 6.1.4 | Vorreduktion von Selen | 19 |
| 6.1.5 | Vorreduktion von Tellur..... | 20 |
| 6.1.6 | Vorreduktion von Bismut..... | 20 |
| 6.1.7 | Probenvorbereitung für Quecksilber | 20 |
| 6.2 | Bestimmung mehrerer Elemente aus einer Probenlösung..... | 20 |
| 7 | Wartung und Pflege | 21 |
| 7.1 | Schlauchweg erneuern..... | 21 |
| 7.2 | Sprühkammer reinigen | 21 |
| 8 | Störungsbeseitigung..... | 22 |
| 9 | Technische Daten | 23 |

1 Grundlegende Informationen

1.1 Hinweise zur Benutzeranleitung

| | |
|-------------------------------------|--|
| Inhalt | <p>Das HS PQ ist ein Hg-/Hydridsystem für die gleichzeitige Bestimmung von Hg/Hydriden und klassischen Elementen. Es ist für den Betrieb durch qualifiziertes Fachpersonal unter Beachtung dieser Benutzeranleitung vorgesehen.</p> <p>Die Benutzeranleitung informiert über Aufbau und Funktion des HS PQ und vermittelt dem mit der Analytik vertrauten Bedienpersonal die notwendigen Kenntnisse zur sicheren Handhabung des Gerätes und seiner Komponenten. Die Benutzeranleitung gibt weiterhin Hinweise zur Wartung und Pflege des Gerätes sowie Hinweise auf mögliche Ursachen von Störungen und deren Beseitigung.</p> |
| Konventionen | <p>Handlungsanweisungen mit zeitlicher Abfolge sind nummeriert und zu Handlungseinheiten zusammengefasst.</p> <p>Warnhinweise sind mit einem Warndreieck und Signalwort gekennzeichnet. Es werden Art und Quelle sowie die Folgen der Gefahr benannt und Hinweise zur Gefahrenabwehr gegeben.</p> <p>Elemente des Steuer- und Auswerteprogramms sind wie folgt gekennzeichnet:</p> <ul style="list-style-type: none">▪ Programmbegriffe werden mit Kapitälchen ausgezeichnet (z.B. Menü FILE).▪ Schaltflächen werden durch eckige Klammern dargestellt (z.B. [OK])▪ Menüpunkte sind durch Pfeile getrennt (z.B. FILE ► OPEN) |
| Verwendete Symbole und Signalwörter | <p>In der Benutzeranleitung wird zur Kennzeichnung von Gefahren bzw. Hinweisen das folgende Symbol und Signalwort benutzt. Die Warnhinweise stehen jeweils vor einer Handlung.</p> |



WARNUNG

Bezeichnet eine möglicherweise gefährliche Situation, die den Tod oder schwerste Verletzungen (Verkrüppelungen) zur Folge haben kann.

1.2 Bestimmungsgemäße Verwendung

Das HS PQ darf nur in Verbindung mit einem ICP-OES der Analytik Jena verwendet werden. Abweichungen von der in diesem Dokument beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen zu Einschränkungen der Gewährleistung und der Herstellerhaftung im Schadensfall.

Werden im Umgang mit dem HS PQ die Sicherheitshinweise nicht beachtet, gilt dies als Abweichung von der bestimmungsgemäßen Verwendung.

1.3 Gewährleistung und Haftung

Die Dauer der Gewährleistung sowie die Haftung entspricht den gesetzlichen Vorschriften sowie den Regelungen in den Allgemeinen Geschäftsbedingungen der Analytik Jena.

Abweichungen von der in dieser Benutzeranleitung beschriebenen bestimmungsgemäßen Verwendung führen im Schadensfall zu Einschränkungen der Gewährleistung und Haftung. Schäden an Verschleißteilen sowie Glasbruch sind nicht in der Gewährleistung enthalten.

Gewährleistungs- und Haftungsansprüche bei Personen- und Sachschäden sind ausgeschlossen, wenn sie auf eine oder mehrere der folgenden Ursachen zurückzuführen sind:

- nicht bestimmungsgemäße Verwendung des HS PQ
- unsachgemäße Inbetriebnahme, Bedienen und Warten des HS PQ
- Änderungen am Gerät ohne vorherige Absprache mit der Analytik Jena
- Betreiben des Gerätes bei defekten Sicherheitseinrichtungen bzw. bei nicht ordnungsgemäß angebrachten Sicherheits- und Schutzeinrichtungen
- mangelhafte Überwachung der Geräteteile, die einem Verschleiß unterliegen
- Verwendung von nicht originalen Ersatzteilen, Verschleißteilen oder Verbrauchsmaterialien
- unsachgemäße Reparaturen
- Fehler, die auf Nichtbeachten dieser Benutzeranleitung zurückzuführen sind

2 Sicherheitshinweise

2.1 Grundlegende Hinweise

Lesen Sie dieses Kapitel zu Ihrer eigenen Sicherheit vor Inbetriebnahme und zum störungsfreien Betrieb des HS PQ sorgsam durch.

Befolgen Sie alle Sicherheitshinweise, die in dieser Benutzeranleitung aufgeführt sind, sowie alle Meldungen und Hinweise, die vom Steuer- und Auswerteprogramm auf dem Bildschirm angezeigt werden.

Neben den Sicherheitshinweisen in dieser Benutzeranleitung und den örtlichen Sicherheitsvorschriften, die für den Betrieb des Gerätes zutreffen, müssen die allgemeingültigen Vorschriften zur Unfallverhütung sowie Vorschriften zum Arbeitsschutz und Umweltschutz beachtet und eingehalten werden.

Hinweise auf mögliche Gefahren ersetzen nicht die zu beachtenden Arbeitsschutzvorschriften.

2.2 Anforderungen an das Bedienpersonal

Das Gerät darf nur von qualifiziertem und im Umgang mit dem Gerät unterwiesenem Fachpersonal betrieben werden. Zur Unterweisung gehören das Vermitteln dieser Benutzeranleitung und der Benutzeranleitung der angeschlossenen Systemkomponenten.

Neben den Sicherheitshinweisen dieser Benutzeranleitung müssen die allgemeingültigen Sicherheits- und Unfallverhütungsvorschriften des jeweiligen Einsatzlandes beachtet und eingehalten werden. Der aktuelle Stand der Regelwerke ist durch den Betreiber festzustellen.

Die Benutzeranleitung muss dem Bedien- und Wartungspersonal zugänglich sein.

2.3 Sicherheitshinweise Transport

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Vor dem Transport muss das HS PQ und seine Pump- und Dosierschläuche mit destilliertem Wasser gespült und vollständig entleert werden, damit keine Reduktionslösung oder Säure abtropfen kann. Die Lösungen sind aggressiv und greifen die Kleidung an.
- Das HS PQ nur in seiner Originalverpackung versenden.

2.4 Sicherheitshinweise Betrieb

2.4.1 Allgemeines

Beachten Sie folgende Hinweise:

- Der Bediener des HS PQ ist verpflichtet, sich vor jeder Inbetriebnahme vom ordnungsgemäßen Zustand des Gerätes zu überzeugen.
- Vor der Verwendung sind die Schläuche zu überprüfen. Pumpschläuche müssen ausgetauscht werden, wenn sie nicht mehr elastisch sind oder starken Abrieb zeigen. Schläuche für die Überführung von Proben und Reduktionsmittel müssen ausgetauscht werden, wenn sich Ablagerungen gebildet haben.

2.4.2 Umgang mit Proben und Reagenzien

Der Betreiber trägt die Verantwortung für die Auswahl der im Prozess eingesetzten Substanzen sowie für den sicheren Umgang mit diesen. Das betrifft insbesondere radioaktive, infektiöse, giftige, ätzende, brennbare, explosive oder anderweitig gefährliche Stoffe.

Beim Umgang mit gefährlichen Stoffen müssen die örtlich geltenden Sicherheitsanweisungen und bzw. die Vorschriften in den EG-Sicherheitsdatenblättern der Hersteller der Hilfs- und Betriebsstoffe eingehalten werden.

Bei der Arbeit mit dem HS PQ kommen folgende Chemikalien als Reduktionsmittel bzw. bei der Probenvorbereitung zum Einsatz:

- Natriumborhydrid
- Natriumhydroxid
- Salzsäure
- Salpetersäure
- Bromid/Bromat-Mischung

Natriumborhydrid (NaBH_4) und Natriumhydroxid (NaOH) sind stark ätzend, hygroskopisch und in Lösung äußerst aggressiv. Konzentrierte Salzsäure (HCl , 37 %) ist stark ätzend. Konzentrierte Salpetersäure (HNO_3 , 65 %) ist eine stark ätzende und oxidierend wirkende Flüssigkeit. Bromid/Bromat-Mischungen wurden als krebserregend eingestuft. Bei der Handhabung und Entsorgung dieser Gefahrstoffe ist Achtsamkeit geboten.

Tragen Sie beim Umgang mit den oben genannten Stoffen geeignete Körperschutzmittel (Schutzbrille, Schutzhandschuhe, Schutzkleidung).

Gefahr der Knallgasreaktion!

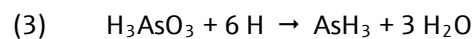
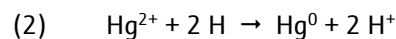
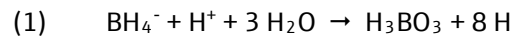
Bei der Reaktion von Natriumborhydrid mit Säuren wird Wasserstoff freigesetzt. Es kann zur Knallgasreaktion kommen. Niemals Natriumborhydrid in den Abfallbehälter für Säuren entsorgen!

Entsorgung von
Natriumborhydrid

3 Technische Beschreibung

3.1 Funktionsprinzip

Die angesäuerte Probe wird mit einem Reduktionsmittel (üblicherweise Natriumborhydrid) gemischt. Dabei wird Quecksilber zu atomarem Quecksilberdampf reduziert, während Arsen, Antimon, Selen, Bismut und Tellur flüchtige Hydride bilden.



Die Bildung der flüchtigen Elementhydride hängt maßgeblich von der Oxidationsstufe der zu messenden Analytelemente ab. Aus diesem Grund ist es zwingend notwendig, dass die Analytelemente in Standards und Proben in einheitlicher Oxidationsstufe vorliegen. Die niederere Oxidationsstufe führt dabei jeweils zu einer höheren Messempfindlichkeit. Aus diesem Grund sollten Proben und Standards vor der Messung zur Bildung der niederen Oxidationsstufe vorreduziert werden oder - falls eine Messung in der hohen Oxidationsstufe gewünscht wird, gezielt oxidiert werden.

3.2 Aufbau des HS PQ

Das HS PQ ist ein Hg-/Hydridsystem für die gleichzeitige Bestimmung von Quecksilber, Hydridelementen und klassischen Elementen.

Das HS PQ besteht aus folgenden Bauteilen

- Basisblock HS PQ mit Fließschema
- Schlauch-Set
- Sprühkammer mit 2 Eingängen

Basisblock

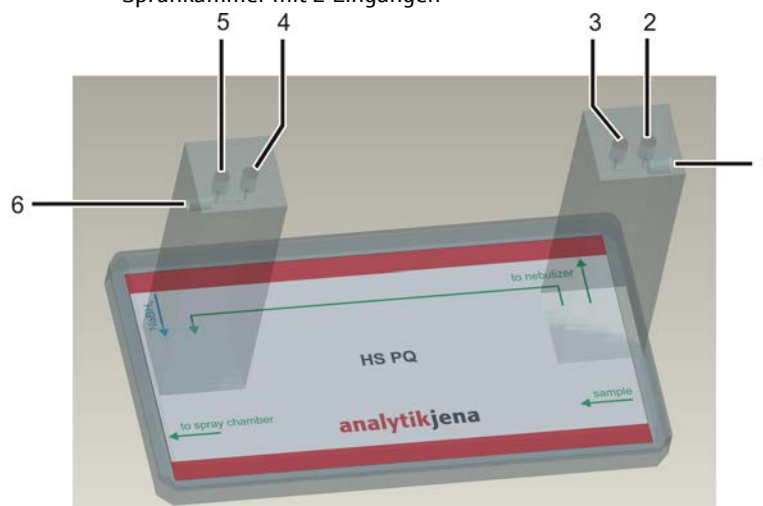


Abb. 1 Basisblock des HS PQ mit Kunststoffblöcken

- | | | | |
|---|---------------------------------------|---|---|
| 1 | Probenzufuhr "sample" | 4 | Anschluss Probenschlauch |
| 2 | Ausgang zum Zerstäuber "to nebulizer" | 5 | Reduktionsmittelzufuhr "NaBH ₄ " |
| 3 | Anschluss Probenschlauch | 6 | Ausgang zur Sprühkammer "to spray chamber" |

Der Basisblock des HS PQ trägt die beiden Kunststoffblöcke. Im ersten Block wird die angesäuerte Probe geteilt. Ein Teil der Probe wird direkt zum Zerstäuber gepumpt, mit Argon gemischt und in die Sprühkammer zerstäubt.

Der andere Teil der Probe wird zum zweiten Block gepumpt und mit dem Reduktionsmittel gemischt. Das Reduktionsmittel reagiert mit der Probe unter Bildung gasförmiger Elementhydride und/oder atomaren Quecksilberdampfes. Das entstandene Gas-Flüssigkeitsgemisch wird über den Injektor direkt in die Sprühkammer gepumpt.

In der Sprühkammer vermischen sich die flüchtigen Elementhydride sowie der Quecksilberdampf mit dem Proben aerosol. Die Restflüssigkeit wird über den Abfallschlauch abgepumpt.

Im Fuß des Basisblocks befindet sich das Fließschema für den Anschluss des Schlauch-Sets.

Schlauch-Set

Das Schlauch-Set beinhaltet folgende Schläuche

- Schläuche für die Proben- und Reduktionsmittelzufuhr
- Zuführung zur Sprühkammer mit Injektor
- Adapter und Anschlusschlauch für Abfall
- Pumpschläuche (für die Zufuhr von Proben und Reduktionsmittel schwarz – schwarz, für den Abfall violett – orange)

Sprühkammer

Im HS PQ kommt eine Zyklon-Sprühkammer mit einem Volumen von 50 mL zum Einsatz. Die Sprühkammer verfügt über zwei Eingänge für Zerstäuber und Injektor. In der Sprühkammer vermischen sich die flüchtigen Elementhydride sowie der Quecksilberdampf mit dem Proben aerosol. Das Messgas wird in das Plasma gespült, während die Restflüssigkeit in das Abfallgefäß gepumpt wird.



Abb. 2 Zyklon-Sprühkammer 50 mL mit 2 Eingängen

3.3 Typenschild

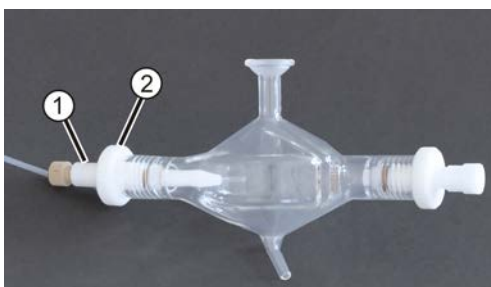
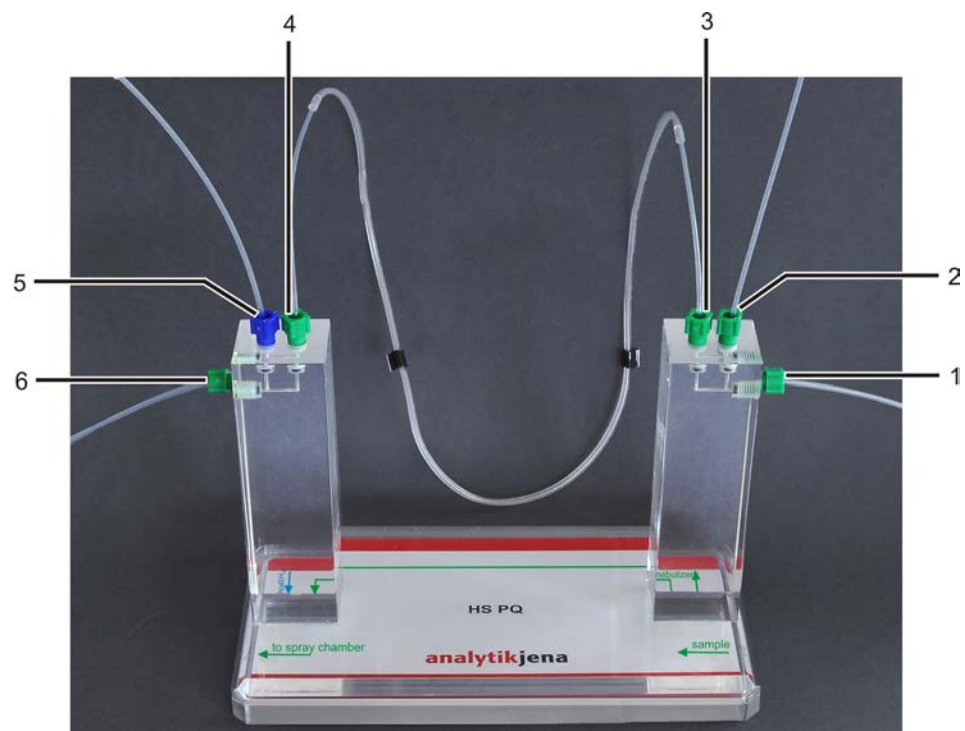
Das Typenschild auf der Unterseite des Basisblocks enthält folgende Informationen:

- Herstelleradresse
- Hinweis zur Beachtung der Bedienungsanleitung im Betrieb
- Bezeichnung des Gerätetyps und Modells
- Entsorgungshinweis (Nicht im Hausmüll entsorgen!)
- Seriennummer
- Herstelljahr
- CE-Kennzeichnung

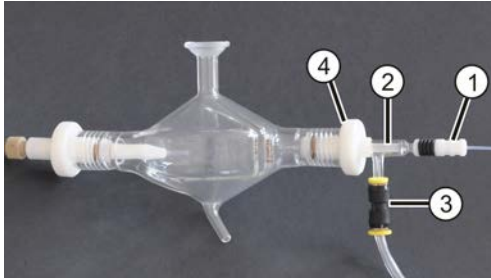
4 Installation und Inbetriebnahme

1. Schlauch-Set in den Basisblock einschrauben. Anschlüsse im Basisblock siehe Fließschema auf dem Basisblock :

- Ansaugschlauch Probe (1) über den grünen Verbinder in den 1. Kunststoffblock einschrauben. Mit Probenkapillare verbinden.
- Ansaugschlauch Probe (2) in den 1. Kunststoffblock einschrauben. Mit dem Pumpschlauch (schwarz – schwarz) verbinden. (Anderes Ende des Pumpschlauchs später über Ansaugkapillare mit dem Zerstäuber verbinden, siehe Punkt 3).
- Die 2 kurzen Ansaugschläuche Probe über den Pumpschlauch (schwarz – schwarz) miteinander verbinden und in die Anschlüsse (3 und 4) in beide Kunststoffblöcken einschrauben.
- Ansaugschlauch Reduktionsmittel (5) (blauer Verbinder) in den 2. Kunststoffblock einschrauben. Mit Pumpschlauch (schwarz – schwarz) und Reduktionsmittel-Kapillare verbinden.
- Zuführung Sprühkammer mit Injektor (6) in den 2. Kunststoffblock einschrauben.



2. Injektor (1) an die Sprühkammer stecken und die Kunststoffschraube an der Sprühkammer (2) handfest anziehen.



3. Pumpschlauch vom ersten Kunststoffblock (Beschriftung "to nebulizer") über die Ansaugkapillare (1) am Zerstäuber (2) befestigen.
4. Argon-Anschluss des PlasmaQuant PQ 9000 (3) am Zerstäuber befestigen.
5. An der Sprühkammer die Kunststoffmutter (4) lockern. Den Zerstäuber bis zum Anschlag in die Sprühkammer schieben und die Kunststoffmutter handfest anziehen. Der Stutzen zum Anschluss des Argongases am Zerstäuber sollte dabei nach unten zeigen.
6. Abfallschlauch an der Sprühkammer befestigen. Abfallschlauch mit dem Adapter am Pumpschlauch (violett – orange) befestigen. Dickeren Schlauch an der anderen Seite des Pumpschlauchs befestigen und in den Abfallbehälter führen.



7. Basisblock des HS PQ im Probenraum des PlasmaQuant PQ 9000 platzieren.
 8. Sprühkammer mit Gabelklemme an der Torch des PlasmaQuant PQ 9000 befestigen.
 9. Pumpschläuche für Probe (2 Stück), Reduktionsmittel und Abfall in die Schlauchpumpe des PlasmaQuant PQ 9000 spannen. Dabei die Pumprichtung beachten!
- ✓ Das HS PQ ist damit installiert.

Prüfen Sie vor Beginn der Arbeit die Systemdichtheit (siehe Abschnitt "Systemdichtheit des HS PQ prüfen und Plasma zünden" S. 17).

Um die Dichtigkeit des Systems zu gewährleisten, müssen die Dichtringe auf den Schlauchenden vor den Schraubverbindern korrekt sitzen.

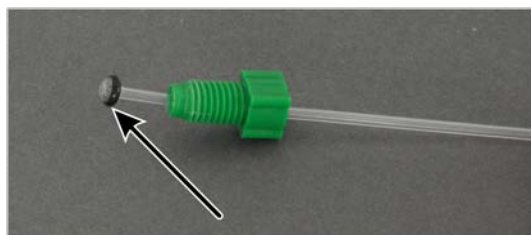


Abb. 3 Dichtringe auf Schlauchende einer Schraubverbindung

5 Bedienung

5.1 Reagenzien- und Probenvorbereitung



WARNUNG

Gefahr der Knallgasreaktion!

Bei der Reaktion von Natriumborhydrid mit Säure wird Wasserstoff freigesetzt. Es kann zur Knallgasreaktion kommen. Niemals Natriumborhydrid in den Abfallbehälter für Säuren entsorgen!



WARNUNG

Beim Umgang mit den zum Einsatz kommenden Chemikalien sind generell Schutzbrille, Schutzhandschuhe und Schutzkleidung zu tragen. Die Sicherheitshinweise auf den Etiketten sind zu beachten.

Stellen Sie zu Beginn der Analysen Reduktionsmittel und Spüllösung bereit und bereiten Sie die Proben vor.

Reduktionsmittel

- 3 g NaBH_4 und 1 g NaOH in das Reduktionsmittelgefäß einwiegen. Mit 1 L demineralisiertem Wasser auffüllen.
 - ✓ Die gebrauchsfertige Lösung ist bei Raumtemperatur ca. 12 h haltbar.
- Alternativ:
30 g NaBH_4 und 10 g NaOH in einen 1000 mL Messkolben einwiegen. Mit 1 L demineralisiertem Wasser auffüllen. Messtäglich zur Endkonzentration (1:10) verdünnen.
 - ✓ Die konzentrierte Lösung ist bei 4 ± 3 °C ca. 7 Tage haltbar.

Proben

- Bestimmung von Hydridbildnern:
Proben müssen mindestens 3% HCl enthalten. Je nach Analytelement die Proben vorreduzieren.
- Bestimmung von Quecksilber:
Proben zusätzlich mit HCl, HNO_3 oder einer Mischung aus Bromid/Bromat versetzen.

Zur Vorbereitung der Proben siehe Abschnitt "Vorbereitung von Proben und Standards" S. 19.

Spüllösung

- 1 L demineralisiertes Wasser mit 5 mL HNO_3 und 15 mL HCl versetzen.

5.2 Messung durchführen

5.2.1 Methode für die Bestimmung mit dem HS PQ erstellen

1. ICP-OES-Gerät einschalten und Programm ASpect PQ starten.
2. Eine neue Methode für die Bestimmung aller in der Probe enthaltenen Elemente erstellen. Die Analysenwellenlängen wählen.

Hinweis:

Nicht alle Elementkombination können gleichzeitig in einer Methode gemessen werden (siehe Abschnitt "Bestimmung mehrerer Elemente aus einer Probenlösung" S. 20).

Folgende Analysenwellenlängen werden empfohlen:

| Element | Analysenwellenlängen |
|---------|----------------------|
| Se | 196.0280 nm |
| As | 193.6980 nm |
| Sb | 217.5810 nm |
| Te | 214.2814 nm |
| Bi | 223.0608 nm |
| Hg | 253.6519 nm |

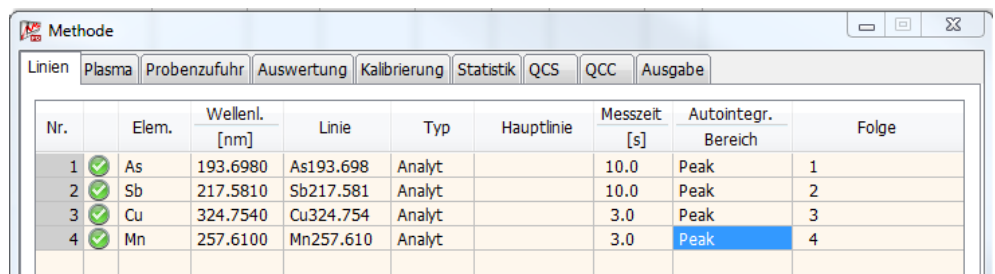
✓ Die Standardeinstellungen werden in der Methode geladen.

3. Für die Analyse mit Hydridtechnik untenstehende Einstellungen in den Methodenparametern vornehmen.
4. Methode unter individuellem Namen speichern.
 - ✓ Die Methode kann für die nachfolgende Analyse verwendet werden.

Methodeneinstellungen

- Methodenkarte LINIEN (Einstellungen für Hg und Hydridbildner):

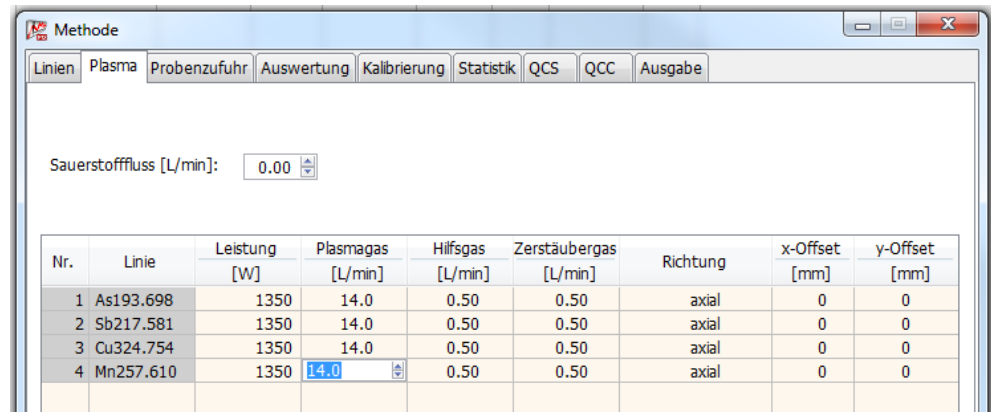
| Parameter | Einstellung |
|-------------------|-------------|
| INTEGRATIONSMODUS | PEAK |
| INTEGRATIONSZEIT | 10 s |



| Nr. | Elem. | Wellenl. [nm] | Linie | Typ | Hauptlinie | Messzeit [s] | Autointegr. Bereich | Folge |
|-----|-------|---------------|-----------|--------|------------|--------------|---------------------|-------|
| 1 | As | 193.6980 | As193.698 | Analyt | | 10.0 | Peak | 1 |
| 2 | Sb | 217.5810 | Sb217.581 | Analyt | | 10.0 | Peak | 2 |
| 3 | Cu | 324.7540 | Cu324.754 | Analyt | | 3.0 | Peak | 3 |
| 4 | Mn | 257.6100 | Mn257.610 | Analyt | | 3.0 | Peak | 4 |

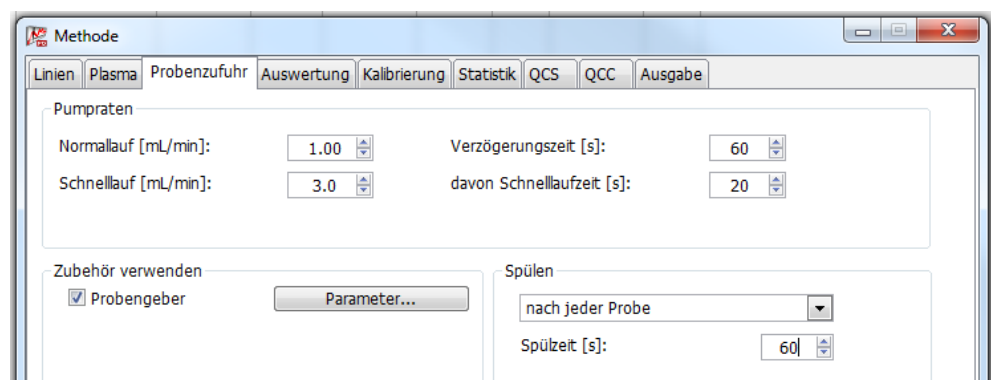
- Methodenkarte PLASMA:

| Parameter | Einstellung |
|----------------|-------------|
| PLASMALEISTUNG | 1350 W |
| PLASMAGASFLUSS | 14 L/min |



■ Methodenkarte PROBENZUFUHR

| Parameter | Einstellung |
|----------------------|-------------|
| NORMALLAUF [mL/min] | 1 |
| SCHNELLAUF [mL/min] | 3 |
| VERZÖGERUNGSZEIT [s] | 40 – 70 |
| DAVON SCHNELL [s] | 20 |
| SPÜLZEIT [s] | 40 – 70 |

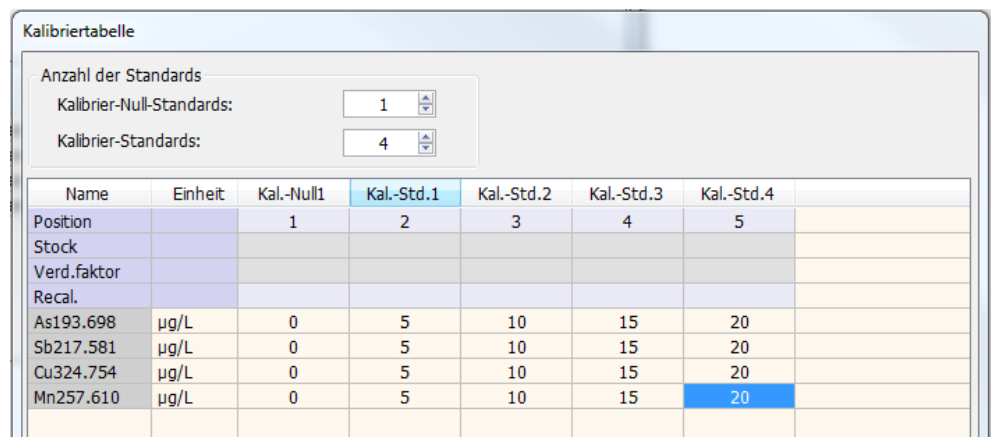


Hinweis:

Die Verzögerungs- und Spülzeiten hängen vom jeweiligen Analyten und der Verwendung des Probengebers ab.

■ Methodenkarte KALIBRIERUNG

Die zu messenden Standardkonzentrationen eintragen.



- Methodenkarte QCS

Kontrollstandards und Wiederfindungen eintragen.

5.2.2 Einstellungen der Plasma-Zündbedingungen

ASpect PQ Versionen
1.2.1 und höher

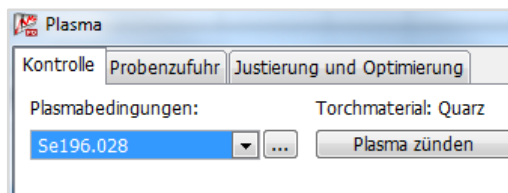
Bei Programmversionen von ASpect PQ 1.2.1 und höher sind die optimierten Plasmabedingungen für den Hybridbetrieb bereits gespeichert.

- Im Fenster PLASMA / KONTROLLE in der Liste PLASMABEDINGUNGEN die Option HYDRIDTECHNIK wählen.

ASpect PQ-Versionen
niedriger als 1.2.1

In Programmversionen von ASpect PQ mit einer Versionsnummer niedriger als 1.2.1 müssen die Zündbedingungen manuell gespeichert werden:

1. Gespeicherte Hydridmethode öffnen.
2. Fenster PLASMA öffnen.
3. Im Fenster PLASMA / KONTROLLE in der Liste PLASMABEDINGUNGEN eine der Linien aus der Methode wählen.



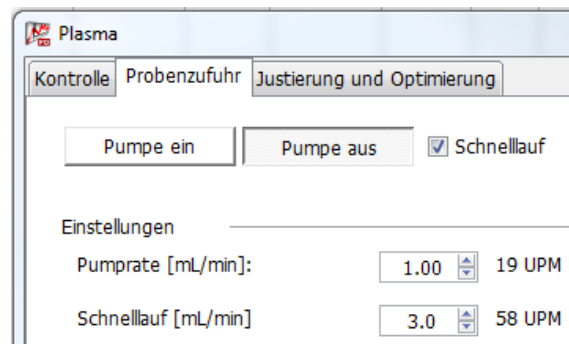
- ✓ Die Methodeneinstellungen für das Plasma werden in das Fenster PLASMA übertragen.
4. Neben der Liste PLASMABEDINGUNGEN auf [...] klicken.
 5. Die Option AKTUELLE PLASMAPARAMETER SPEICHERN wählen und den Namen "Hydridtechnik" für die Zündbedingungen vergeben.
 - ✓ Die in der Methode gespeicherten Einstellungen werden als Zündbedingungen gespeichert.

Bei zukünftigen Arbeiten mit dem HS PQ können Sie im Fenster PLASMA / KONTROLLE in der Liste PLASMABEDINGUNGEN diese Einstellungen zur Plasmazündung laden.

5.2.3 Systemdichtheit des HS PQ prüfen und Plasma zünden

Vor dem Zünden des Plasmas muss das installierte HS PQ auf Dichtigkeit geprüft werden.

1. Reduktionsmittelkapillare und Probenansaugschlauch mit manueller Ansaugkapillare in demineralisiertes Wasser tauchen.
2. Fenster PLASMA öffnen.
3. Auf der Registerkarte KONTROLLE in der Liste PLASMABEDINGUNGEN die Zündbedingungen HYDRIDTECHNIK für das HS PQ wählen (siehe auch Abschnitt "Einstellungen der Plasma-Zündbedingungen" S. 17).
4. Auf der Registerkarte PROBENZUFUHR für den Parameter PUMPRATE den Wert 1 mL/min, für den Parameter SCHNELLAUFLAUF den Wert 3 mL/min einstellen.



5. Pumpe mit [EINSTELLEN] starten.
6. Schlauchsystem auf Blasen überprüfen.
Im Schlauchsystem dürfen keine Luftblasen entstehen.
7. Undichtigkeiten im System beseitigen. Sitz der Dichtungen in den Schlauchverbindern prüfen.
8. Ansaugkanüle für Reduktionsmittel in die NaBH_4 -Lösung tauchen.
9. Plasma zünden.
10. Ca. 3 min warten und dann die Analyse starten.

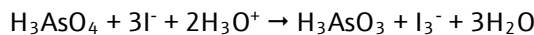
6 Applikative Hinweise

6.1 Vorbereitung von Proben und Standards

6.1.1 Reduktion von Arsen (V) zu Arsen (III)

Für Trink- und Oberflächenwässer

- 5 mL Probe mit 5 mL konzentrierter HCl versetzen.
- 1 mL Reduktionsmittel (5% Kaliumjodid/ 5% Ascorbinsäure) zusetzen und die Mischung bei Raumtemperatur mindestens 45 min stehen lassen.
- Lösung auf ein einheitliches Volumen (z.B. 50 mL) auffüllen.



Bei Aufschlusslösungen, die einen Überschuss an oxidierenden Säuren enthalten, muss vor der Reduktion Hydroxylammoniumchlorid oder Amidoschwefelsäure zugegeben werden.

6.1.2 Oxidation von Arsen (III) zu Arsen (V)

Für die Messung von Arsen (V) müssen Proben und Standards vor der Messung mit HNO_3 oxidiert werden.

Für Trink- und Oberflächenwässer

- 5 mL Probe mit 1 mL konzentrierter HNO_3 versetzen.
- Mischung leicht erwärmen und 30 min stehen lassen.
- Anschließend 5 mL konzentrierte HCl zusetzen.
- Lösung auf 20 mL auffüllen.

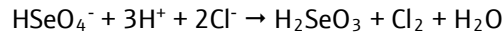
6.1.3 Vorbehandlung von Antimon

Die Reduktion sowie die Oxidation von Proben zur Bestimmung von Antimon entsprechen den Vorbehandlungen zur Bestimmung von Arsen.

6.1.4 Vorreduktion von Selen

Da Selen (VI) keine flüchtigen Hydride bildet, muss das Element zur Bestimmung in 4-wertiger Form vorliegen. Dies wird durch Erhitzen mit Salzsäure erreicht.

- 5 mL Probe mit 5 mL konzentrierter HCl versetzen und im geschlossenen Gefäß 45 min auf 90 °C erhitzen.
- Je nach Probenmatrix kann es notwendig sein, eine Rückreaktion durch das gebildete Chlor durch Zugabe von etwas Amidoschwefelsäure zu verhindern.



6.1.5 Vorreduktion von Tellur

Die Vorreduktion von Tellur entspricht der Vorreduktion für die Bestimmung von Selen.

6.1.6 Vorreduktion von Bismut

Bismut liegt in salzsauren Lösungen in III-wertiger Form vor. Deshalb ist eine zusätzliche Vorreduktion der Lösungen nicht notwendig.

6.1.7 Probenvorbereitung für Quecksilber

Quecksilber(I) neigt dazu zu disproportionieren. Das dabei gebildete atomare Quecksilber verflüchtigt sich leicht. Deshalb ist es für dieses Element notwendig, die Proben und Standards mit Oxidationsmitteln zu versetzen, um das Element in II-wertiger Form zu halten. Je nach Anwendung stehen hierzu verschiedene DIN-Methoden zur Verfügung.

DIN 16772

- 100 mL Probe mit 2,1 mL HCl und 0,7 mL HNO₃ stabilisieren.

DIN EN 13506

- 30 – 40 mL Probe mit 2,5 mL HCl conc. und 1 mL KBr-KBrO₃-Reagens (595 mg KBr / 139 mg KBrO₃ in 50 mL demineralisiertem Wasser) versetzen
- Mindestens 30 min bei Raumtemperatur stehen lassen.
- 50 µL NH₂OH*Cl (12 %) (Hydroxylammoniumchlorid) zugegeben.
- Auf 50 mL mit demineralisiertem Wasser auffüllen.

6.2 Bestimmung mehrerer Elemente aus einer Probenlösung

Aufgrund einer ähnlichen bzw. übereinstimmenden Probenvorbehandlung bietet es sich an, mehrere Elemente aus einer Probenlösung zu bestimmen, wie beispielsweise As III und Sb III. Es ist aber auch möglich diese Elemente mit etwas geringerer Empfindlichkeit in der höheren Oxidationsstufe zu messen und mit der Bestimmung von Selen zu kombinieren.

Beispiele

| Analytkombination | Probenvorbehandlung |
|--------------------------|---|
| Se IV, Te IV, Bi III | Siehe Kapitel 6.1.4 - 6.1.6 |
| As III, Sb III | Siehe Kapitel 6.1.1, 6.1.3 |
| Sb V, As V, Se IV, Te IV | Probe mit HNO ₃ oxidieren (6.1.2), anschließend 1:1 mit konz. HCl versetzen und Selen reduzieren, wie in Kapitel 6.1.4 beschrieben |

7 Wartung und Pflege

7.1 Schlauchweg erneuern

Ist der Schlauchweg des HS PQ kontaminiert und verringern sich die Blindwerte auch durch längeres Spülen mit Reduktionsmittellösung und Säure nicht, sind die folgenden Schläuche incl. der dazugehörigen Pumpschläuche zu tauschen:

- Ansaugschläuche Probe
 - Überführung zur Sprühkammer
1. Schlauch aus dem Kunststoffblock herausschrauben.
 2. Neuen Schlauch mit Hohlschraube im Kunststoffblock einschrauben. Auf richtigen Sitz der Dichtungen achten.
 3. Kunststoffmutter an der Sprühkammer lockern und Injektor herausziehen.
 4. Neuen Injektor bis zum Anschlag in die Sprühkammer schieben und Kunststoffschraube handfest anziehen.
 5. Schlauchverbindung zum Zerstäuber erneuern.

Siehe auch Abschnitt "Installation und Inbetriebnahme" S. 12.

7.2 Sprühkammer reinigen

Niederschläge in der Sprühkammer zunächst durch Reinigen entfernen. Falls der Erfolg ausbleibt, die Sprühkammer austauschen.



WARNUNG

Die Reinigungslösung (konzentrierte Salzsäure) ist stark ätzend. Die Dämpfe reizen die Atemwege. Handschuhe, Schutzkleidung und Schutzbrille tragen und unter Abzug arbeiten!

1. Gabelklemme an der Torch öffnen und Sprühkammer abnehmen.
2. Anschluss für Abfallschlauch vom Stutzen abziehen.
3. Kunststoffmutter an der Sprühkammer leicht lockern und Injektor aus der Sprühkammer ziehen. Zerstäuber aus der Sprühkammer entfernen.
4. Die Sprühkammer mit konzentrierter Salzsäure (37 %) reinigen. Die Säure einige Stunden lang einwirken lassen.
5. Anschließend Sprühkammer mit destilliertem Wasser spülen.
6. Gereinigte bzw. neue Sprühkammer wieder einsetzen (siehe Abschnitt "Installation und Inbetriebnahme" S. 12).

Bei Kontaminationen empfiehlt es sich, auch den Zerstäuber zu reinigen. Der Zerstäuber kann sich durch Partikel oder hohe Salzlasten in der Probe zusetzen. Für die Reinigung siehe Benutzeranleitung PlasmaQuant PQ 9000.

8 Störungsbeseitigung

| Problem | Mögliche Ursache | Maßnahme |
|---|--|---|
| Schlechte Messempfindlichkeit oder kein Signal | Reduktionsmittel nicht frisch oder bereits zersetzt | Reduktionsmittel frisch herstellen |
| | Analyt liegt nicht in richtiger Oxidationsstufe vor | Probe und Standard entsprechend der Anleitung vorreduzieren |
| | axiales Konusfenster nicht sauber | Fenster des PlasmaQuant PQ 9000 ausbauen und reinigen |
| | Zerstäuber zugesetzt, erkennbar an steigendem Argondruck | Zerstäuber reinigen (siehe Betriebsanleitung PlasmaQuant PQ 9000) |
| Schlechte Reproduzierbarkeit (RSD) | Das Abpumpen der Abfall-Lösung verläuft ungleichmäßig | Andruck des Pumpschlauches optimieren, gegebenenfalls Pumpschlauch wechseln (siehe Betriebsanleitung PlasmaQuant PQ 9000) |
| Schlechte Widerfindung eines aufaddierten Standards | Unterschiedliche Freisetzung des flüchtigen Hydrids | Säuremengen in Proben und Standardlösungen anpassen |
| Nichtlineare Kalibrierfunktion trotz kleiner Messwerte / kurvenförmiges Ansteigen der Kalibrierfunktion | Verschleppungseffekt des Analyten | Spül- und Verzögerungszeiten erhöhen |

9 Technische Daten

| | |
|------------------------------------|--|
| Bezeichnung/Typ | HS PQ / Quecksilber-/Hydridsystem für ICP OES |
| Abmessungen Basisblock (B x H x T) | ca. 180 x 100 x 120 mm |
| Masse des Basisblocks | ca. 500 g |
| Material des Basisblocks | PMMA |
| Sprühkammer | Zyklon-Sprühkammer mit 50 mL Volumen mit 2 Eingängen für Zerstäuber und Injektor |