

**Berichte des Forschungszentrums Waldökosysteme, Reihe B, Band 78,
2009**

**Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden
des Umweltanalytik-Labors der Nordwestdeutschen Forstlichen
Versuchsanstalt**

2. Ergänzung: 1999 - 2008

Teil 4: Elementbestimmungsmethoden P – Zn und Sammelanhänge

von

Nils König, Heike Fortmann und Karl-Ludwig Lüter

Göttingen 2009

Inhaltsübersicht Band 75 - 78:

Band 75:

Elementbestimmungsmethoden Al – Cl

Band 76:

Elementbestimmungsmethoden Co – LF

Band 77:

Elementbestimmungsmethoden Mg – Ni

Band 78:

Elementbestimmungsmethoden P – Zn

Sammelanhänge

Inhalt Band 78:

Inhaltsübersicht Band 75 -78	3
Inhalt Band 78	3
Vorwort	5
Danksagung	6
Allgemeiner Aufbau der Elementbestimmungsmethoden	7
Liste der Elementbestimmungsmethoden	12
Elementbestimmungsmethoden P – Zn	25
Sammelanhänge	295

Vorwort

Bei Inbetriebnahme des Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt im Jahre 1989 wurde von der Laborleitung entschieden, alle verwendeten Methoden gut zu dokumentieren und auch eventuell nötige Änderungen oder Verbesserungen stets festzuhalten. Dass dieser gute Vorsatz in der Praxis eines Routinelabors nicht immer leicht zu erfüllen ist, können die Kolleginnen und Kollegen anderer Labors sicher gut nachvollziehen. Fragt man nämlich bei anderen Labors einmal nach Details einer verwendeten Methode, so liegen oft nur veraltete Methodenbeschreibungen und Handaufzeichnungen beim Laborpersonal vor. Detaillierte Methoden-Veröffentlichungen sind relativ selten.

Mit Einführung des Laborproben-Informationssystems LAPIS wurde entschieden, zu jedem Einzelanalysen-Wert ein Methoden-Code abzuspeichern, um auch nach vielen Jahren noch nachvollziehen zu können, mit welcher Methode, welchem Analysegerät und nach welcher Probenvorbereitung und -Behandlung der Analysenwert ermittelt wurde. Mit Hilfe des Methoden-Codes konnten auch kleinere Änderungen an einer Methode dokumentiert werden, was sich sehr bald als sinnvoll und nötig erwies. So sind zum Beispiel innerhalb von 6 Jahren allein 9 verschiedene oder geänderte Nitrat-Bestimmungsmethoden verwendet worden, mit denen zum Teil nicht voll vergleichbare Daten gemessen wurden, wie sich später herausstellte. 1994 haben wir begonnen, zu jedem Methoden-Code eine vollständige Beschreibung der Probenbehandlungs-, Untersuchungs-, oder Analysenmethode, der Geräteparameter, der Gerätebedienung und der Datenauswertung sowie Datendokumentation anzufertigen bzw. die vorhandenen Beschreibungen in eine einheitliche Form zu übertragen. Der Umfang von ca. 1.400 Seiten hat uns selbst überrascht und zu der späten Veröffentlichung 1996 (Band 46-48) bzw. 1999 (Band 49) geführt. 1999 erschienen die ersten Ergänzungsbände (Band 58-60) mit den Methodenbeschreibungen aus den Jahren 1996 bis 1998. Leider ist es uns nicht wie geplant gelungen, alle 2 Jahre weitere Ergänzungsbände zu erstellen. Die Einführung unseres neuen Labordaten-Informations- und Managementsystems (LIMS) LABBASE, hohe Arbeitsbelastung, Strukturreformdiskussionen und schließlich die Umwandlung der Niedersächsischen in die neue Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt haben immer wieder zu Verzögerungen bei der Veröffentlichung unserer Labormethoden geführt.

In den vergangenen 10 Jahren sind allein weit über 200 neue Elementbestimmungsmethoden und zahlreiche Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Qualitätskontrollmethoden hinzugekommen. In den nun vorliegenden 4 Ergänzungsbänden sind alle neuen Elementbestimmungsmethoden mit Anhängen und Sammelanhängen bis Ende 2008 abgedruckt. Im nächsten Jahr sollen die Ergänzungsbände mit den Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Qualitätskontrollmethoden sowie den Gerätekurzanleitungen erscheinen.

Wir sind uns bewusst, dass wir mit dieser sehr detaillierten Dokumentation einen sehr weitgehenden Einblick in unsere Laborarbeit geben, die sicherlich nicht fehlerfrei ist. Wir möchten damit auch zur Diskussion über Methoden-Auswahl und -Durchführung, über Qualitätskontrolle und Datendokumentation und nicht zuletzt über Methoden- und damit Datenvergleichbarkeit anregen. Verbesserungs- und Korrektur-Vorschläge nehmen wir dankbar entgegen.

Nils König

Heike Fortmann

Abteilung Umweltkontrolle, Sachgebiet Umweltanalytik
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt

Danksagung

Diese Veröffentlichung wäre nicht möglich gewesen ohne die vielfältige Arbeit aller Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Labors, die bei der Einarbeitung, Durchführung und Verbesserung sowie bei der Fort- und Neuentwicklung der Methoden mitgewirkt haben.

Folgende Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter haben sich um die Weiterentwicklung, Verbesserung und Dokumentation von Methoden sowie deren Tests und Einführung in die Routine verdient gemacht: Frau **Claudia Günther**, Frau **Silke König**, Frau **Heike Koopmann**, Frau **Loan Mai**, Frau **Barbara Seewald**, Frau **Susanne Weinrich** und Frau **Ellen Wolff**.

Für die Entwicklung und den Bau von verschiedenen Labor-Anlagen, Labor-Geräten und Arbeitshilfen gebührt unser Dank Herrn **Rolf Würriehausen** und Herrn **Frank Heun**.

In allen Fragen der Daten-Kontrolle, -Verarbeitung, -Sicherung und -Dokumentationen wurden wir von Herrn **Eberhart Bockhorst** und Herrn **Andreas Schulze** stets beraten und durch Programmierungsarbeiten unterstützt, wofür wir herzlich danken.

Danken möchten wir auch Herrn **Helmut Bartens** (gestorben 2007), Herrn **Simon Holbein** und Frau **Gabi Sambo**, ohne die wir bei der Textgestaltung, -Formatierung und -Speicherung in den sich wandelnden Microsoft-Word-Versionen kläglich gescheitert wären und Frau **Nicola Langer**, die die Texte Korrektur gelesen hat.

Allgemeiner Aufbau der Elementbestimmungsmethoden

Der Text aller Elementbestimmungsmethoden ist gleich aufgebaut. Er wurde im Vergleich zum Aufbau der Methoden im Band 58 und 59, Reihe B, der Berichte des Forschungszentrums Waldökosysteme um eine Reihe von Informationen ergänzt.

Jede Seite hat eine **Kopfzeile**, in der das zu bestimmende Element, die chemische Form des Elementes, die bestimmt wird, das Gerät, der Methoden-Code und die Seitenzahl eingetragen sind.

Auf der **Titelseite** ist direkt unter der Kopfzeile das **Einführungsdatum der Methode** angegeben. Es folgt die zu bestimmende Elementform und der **Messbereich** der Methode. Dieser wird dargestellt durch die **Nachweisgrenze**, die **Bestimmungsgrenze** und die **obere Messgrenze**.

Da für verschiedene Probenmatrices (z.B. Wasser, Aufschlusslösung, Salzextrakt) oft unterschiedliche Elementbestimmungsmethoden nötig sind, werden in einer nach **Boden, Humus, Pflanze und Wasser** unterteilten Tabelle diejenigen **Untersuchungsmethoden** aufgelistet, für die die beschriebene Elementbestimmungsmethode geeignet ist. (So müssen z.B. Pflanzenproben, an denen Schwermetall-Gehalte bestimmt werden sollen, mit metallabriebfreien Mühlen gemahlen und mit einem für Schwermetalle geeigneten Aufschlussverfahren in Lösung gebracht worden sein.)

Es folgt eine Tabelle, in der **Methodenverweise** gegeben werden. Wenn die Elementbestimmungsmethode normgerecht ist oder in Anlehnung an eine **Norm** (DIN, EN, ISO) entwickelt wurde, so ist die entsprechende Norm in der 1. Zeile der Tabelle angegeben. In der 2. Zeile ist angegeben, welcher Methode des **Handbuchs Forstliche Analytik (HFA)** die Elementbestimmungsmethode entspricht. In Zeile 3 ist der aus dem HFA, Teil E ableitbare **Methoden-Code** angegeben.

Weiterhin ist auf der Titelseite eine kurze **Beschreibung des physikalischen Prinzips bzw. der chemischen Reaktionen** der Methode und eine Darstellung möglicher **Störungen** bei der Methode dargestellt.

In einem Kasten am unteren Ende der Seite sind die zur Methode gehörigen **Anhänge** und **Literaturangaben** zur Methode angegeben. Die durchnummerierten **Anhänge** findet man direkt im Anschluss an die Methodenbeschreibung und die **Sammel-anhänge** im **Band 78** hinter den Methodenbeschreibungen. Die **Kurzanleitungen** werden in einem weiteren Band später veröffentlicht.

Auf den folgenden Seiten der Methodenbeschreibung sind in stets gleicher Reihenfolge die nachfolgenden Unterabschnitte zu finden:

- **Analysengeräte und Zubehör**
- **Chemikalien**
- **Lösungen**
- **Eichung/Standards**
- **Durchführung**
- **Qualitätskontrolle**
- **Auswertung/Datendokumentation**

Im Abschnitt **Analysengeräte und Zubehör** ist jeweils der genaue Gerätetyp mit allen Zusatzgeräten wie Probenehmer oder Dilutoren sowie die zugehörige Geräte-Software

beschrieben. Des Weiteren sind hier wichtige, methodenspezifische Detail-Angaben wie Art des Brenners, Graphitrohrtyp, Zerstäubertyp usw. zu finden.

Im Abschnitt **Chemikalien** sind alle für die Durchführung der Methode wie auch für Spül- oder Reinigungsarbeiten benötigte Chemikalien in der handelsüblichen Form aufgelistet.

Die daraus anzusetzenden Lösungen und Gemische sind im Abschnitt **Lösungen** mit genauen Herstellungsvorschriften aufgeführt.

Im Abschnitt **Eichung/Standards** sind im Unterabschnitt **Stammlösungen** die Herstellungsvorschriften für die Lösungen angegeben, aus denen die Standards hergestellt werden. Bei manchen Methoden (z.B. ICP-Methoden) gibt es den Abschnitt **Standardlösungen**, in dem die genaue Herstellung der Standards beschrieben ist. Es folgen Tabellen für die zu verwendende **Standardreihe** und die **Kontrollstandards**, mit denen die Eichung und die Messungen im Laufe des Arbeitstages überprüft werden. Werden an einem Gerät mehrere Elemente gleichzeitig oder direkt nacheinander bestimmt, so ist die Verwendung von Mehrelement-Standards sinnvoll. In diesem Fall sind in einer eigenen Tabelle die Standardzusammensetzungen für die **Mehrelementbestimmung** aufgelistet. Nach den Tabellen folgen Angaben zum Extinktions-Sollwert eines ausgewählten Standards. Hiermit kann die Geräteeinstellung überprüft werden. Schließlich sind noch Hinweise zur Matrix-Anpassung von Standards und Proben sowie Lagerungshinweise aufgeführt.

Die genaue Durchführung der Analysen ist im Abschnitt **Durchführung** beschrieben. Bei vielen Methoden wird hier auf die jeweilige Gerätekurzanleitung verwiesen. Da diese jedoch meist für mehrere Methoden gilt, sind die methodenspezifischen Angaben als Ergänzung der Gerätekurzanleitung in diesem Abschnitt dargestellt. Gibt es keine eigene Gerätekurzanleitung für das zu benutzende Gerät, so findet man die Angaben zur Gerätebedienung im Abschnitt Durchführung. Besonders wichtige Durchführungshinweise sind mit "**Achtung**" hervorgehoben.

Im Abschnitt **Qualitätskontrolle** sind in einer Tabelle alle durchzuführenden Qualitätskontrollen mit Verweis auf die Methodenvorschriften aufgelistet. Über die Methodenvorschrift hinausgehende Detailfestlegungen wie verwendete Kontrollstandards, erlaubt prozentuale Abweichungen u.s.w. sind in der Spalte "Durchführung" zusammengestellt.

Der letzte Abschnitt **Auswertung/Datendokumentation** beschreibt, welche Messergebnisse wo und wie festzuhalten sind bzw. welches Datenverarbeitungsprogramm für die Datenkontrolle, -Übertragung und -Sicherung verwendet werden muss. Bei Verwendung solcher Programme wird auf die jeweilige Gerätekurzanleitung Datenverarbeitung verwiesen. Diese Anleitungen werden im gleichen Band wie die Gerätekurzanleitungen veröffentlicht.

In den Anhängen am Ende der Methode sind unterschiedliche Detailinformationen zur Methode angegeben. Dies können Chromatogramme, Geräteparameter, Spektren, Fließschemata bei Cont.-Flow-Methoden u. ä. sein. Auf die Anhänge ist im Methodentext an der jeweiligen Stelle verwiesen.

In den folgenden 3 Tabellen sind die **verwendeten Abkürzungen** für Analysengeräte (Tabelle 1), für die Untersuchungsverfahren (Tabelle 2) und für die Probenvorbereitungs- und Lagerungsverfahren (Tabelle 3) aufgelistet.

Tabelle 1: verwendete Abkürzungen für Analysengeräte

Abkürzung	Gerät
AAS	Atomabsorptionsspektrophotometer AAS(G): mit Graphitrohröfen-Atomisierung AAS(FI): mit Flammen-Atomisierung
CFC	Continuous-Flow-Colorimeter
CFE	Continuous-Flow-Elektrochemie
CNS	Elementaranalysator für C, N und S
GC	Gaschromatograph
IC	Ionenchromatograph
ICP	Induktiv-gekoppeltes Plasma-Spektrophotometer
LFM	Leitfähigkeitsmessgerät
PHM	pH-Meter
SCH	Scheibler-Apparatur zur CO ₂ -Bestimmung
TIT	Titration für pH- und Leitfähigkeitstitrations
TOC	Total-Organic-Carbon-Analysator
TN	Total-Nitrogen-Analysator
WG	Waage

Tabelle 2: Abkürzungen für Untersuchungsmethoden

Abkürzung	Untersuchungsverfahren
ANULL	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Flüssige Proben)
ANULLIC	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Flüssige Proben, bei denen u.a. mit Ionenchromatographie gemessen wird)
ATNULL	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Festproben)
AKE	effektive Austauschkapazitäts-Bestimmung
AKEG	Europäische Methode zur Austauschkapazitätsbestimmung
AKH	Austauschkapazitätsbestimmung an Humusproben
AKT	totale (potentielle) Austauschkapazitäts-Bestimmung
BGW	Blattgewicht
BNK	Basen-Neutralisierungs-Kapazitäts-Bestimmung
Clges	Gesamt-Chlor-Bestimmung
CNMIK	C- und N-Bestimmung der mikrobiellen Biomasse
CO2ATM	CO ₂ -Atmung
DAN	Druckaufschluss mit Salpetersäure
DANF	Druckaufschluss mit Salpeter- und Flußsäure
EXT1:2H2O	wässriger 1:2-Extrakt
EXT1:2ALKP	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion im wässrigen 1:2-Extrakt
EXTEDTA	EDTA-Extrakt
EXTOX	Oxalat-Extrakt
FBA	Feinbodenanteil-Bestimmung
GBL	Gleichgewichts-Bodenlösung
GBLALKP	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion in der GBL
Nmin	Bestimmung der mineralischen Stickstoff-Fraktion
NGW	Nadelgewicht
KOMPAL	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion
OAKW	offener Aufschluss mit Königswasser
OAKWEG	Europäische Variante des offenen Aufschlusses mit Königswasser
PHH2O	pH-Bestimmung in wässriger Suspension
PHKCl	pH-Bestimmung in KCl-Suspension
PHCaCl2	pH-Bestimmung in CaCl ₂ -Suspension
TRD	Trockenraumdichte-Bestimmung
WGH	Wassergehalts-Bestimmung

Tabelle 3: Abkürzungen für Probenvorbereitungs- und Lagerungsverfahren

Abkürzung	Probenvorbereitungs- oder Lagerungsverfahren
F	Filtration
L	Lagerung
M	Mahlen mit verschiedenen Mühlen
S	Sieben
SM	Probenvorbehandlung von Wasserproben, in denen Schwermetalle (SM) gemessen werden
T	Trocknung/Homogenisieren/Sortieren
M/S B	Mühle/Sieb für Bodenproben geeignet
M/S P	Mühle/Sieb für Pflanzen(Humus)proben geeignet
M/S BP	Mühle/Sieb für Boden-und Pflanzenproben geeignet

Hinweis:

Die Methoden-Bände sind so gedruckt, dass jede neue Methode mit einer ungeraden Seitenzahl beginnt. Bei Entfernung der Verleimung kann die Methodensammlung auch als Loseblatt-Sammlung verwendet werden. Daher sind bei neuen Methoden-Versionen nicht nur die Änderungen, sondern der vollständige Methodentext abgedruckt. Die neuen Methoden bzw. Methodenversionen der Ergänzungs-Bände können in die Loseblattsammlung eingeordnet werden.

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.08 neu hinzugekommenen Elementbestimmungsmethoden
(neue Methoden im Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden)

Element	Elementbestimmungsmethode	gültig von	gültig bis
Al	AlAlgesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Al	AlAlgesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Al	AlAlgesAAS6.1	01.11.2001	
Al	AlAlgesAAS7.1	15.11.2001	
Al	AlAlgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Al	AlAlgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Al	AlAlgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Al	AlAlgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Al	AlAlgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Al	AlAlgesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Al	AlAlgesICP4.1	01.04.1998	15.09.1998
Al	AlAlgesICP4.2	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Al	AlAlgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Al	AlAlgesICP7.3	01.03.2008	
Al	AlAlgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Al	AlAlgesICP8.2	01.05.2005	
Al	AlAlgesICP10.1	01.01.2004	
Al	AlAlgesICP15.1	01.10.2006	
Al	AlAlgesICP16.1	01.02.2007	
Al	AlAlgesICP18.1	01.10.2006	
AlK	ALK37TIT1.1	01.01.2000	
AlK	ALK40TIT1.1	01.01.2000	
AlK	ALK43TIT1.1	01.01.2000	
AlK	ALK45TIT1.1	01.01.2000	
AlK	Alkalinität -43	01.01.2000	
AlK	Alkalinität -45	01.01.2000	
AlK	Alkalinität-Gran	01.01.2000	
As	AsAsgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
As	AsAsgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
As	AsAsgesICP3.1	01.11.1998	31.12.2005
Ba	BaBagesICP1.1	01.04.1992	01.11.1998
Ba	BaBagesICP1.2	01.11.1998	31.12.2002
Ba	BaBagesICP2.1	01.11.1998	01.10.2006
Ba	BaBagesICP8.1	01.01.2004	01.06.2005
Ba	BaBagesICP8.2	01.05.2005	

Ba	BaBagesICP10.1	01.01.2004	
Ba	BaBagesICP16.1	01.02.2007	
C	CCanorgTOC1.1	01.01.1989	
C	CCanorgTOC2.1	01.10.1991	01.04.1994
C	CCanorgTOC2.2	01.04.1994	01.06.1997
C	CCanorgTOC2.3	01.06.1997	31.12.1999
C	CCanorgTOC3.1	01.01.1999	14.12.2007
C	CCanorgTOC3.2	15.12.2007	
C	CCgesCNS1.1	01.01.1989	01.10.1995
C	CCgesCNS1.2	01.10.1995	31.12.1997
C	CCgesCNS2.1	01.02.1996	01.10.1997
C	CCgesCNS2.2	01.10.1997	30.11.2004
C	CCgesCNS3.1	01.10.1997	30.11.2004
C	CCgesCNS5.1	20.08.2004	
C	CCgesTOC1.1	01.01.1989	
C	CCgesTOC2.1	01.10.1991	01.04.1994
C	CCgesTOC2.2	01.04.1994	01.06.1997
C	CCgesTOC2.3	01.06.1997	31.12.1999
C	CCgesTOC3.1	01.01.1999	31.10.1999
C	CCgesTOC3.2	01.11.1999	14.12.2007
C	CCgesTOC3.3	15.12.2007	
C	CCgesTOC4.1	28.08.2008	
C	CCO2GC1.1	01.06.1996	
C	CCO3CNS1.1	20.08.2004	
C	CCO3DRU1.1	01.01.2004	
C	CCO3SCH1.1	01.01.1993	01.01.1997
C	CCO3SCH1.2	01.01.1997	
C	CCorgCNS1.1	01.01.2000	30.11.2003
C	CCorgCNS2.1	20.08.2004	01.11.2007
	Corg berechnet	01.01.1989	
C	CCorgTOC2.1	01.01.1999	14.12.2007
C	CCorgTOC2.2	15.12.2007	
Ca	CaCagesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Ca	CaCagesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Ca	CaCagesAAS6.1	01.11.2001	
Ca	CaCagesAAS7.1	15.11.2001	
Ca	CaCagesIC2.1	15.12.2007	
Ca	CaCagesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Ca	CaCagesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Ca	CaCagesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Ca	CaCagesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Ca	CaCagesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Ca	CaCagesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Ca	CaCagesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998

Ca	CaCagesICP4.2	15.06.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP6.1	01.07.2000	30.06.2006
Ca	CaCagesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Ca	CaCagesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Ca	CaCagesICP7.3	01.03.2008	
Ca	CaCagesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Ca	CaCagesICP8.2	01.05.2005	
Ca	CaCagesICP10.1	01.01.2004	
Ca	CaCagesICP13.1	01.03.2004	
Ca	CaCagesICP15.1	01.10.2006	
Ca	CaCagesICP16.1	01.02.2007	
Cd	CdCdgesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Cd	CdCdgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cd	CdCdgesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1993
Cd	CdCdgesAAS3.2	01.01.1993	01.07.1994
Cd	CdCdgesAAS4.1	01.07.1994	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Cd	CdCdgesAAS5.1	01.01.1997	31.12.2002
Cd	CdCdgesAAS8.1	01.02.2005	
Cd	CdCdgesICP1.1	01.05.1994	01.01.1997
Cd	CdCdgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cd	CdCdgesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Cd	CdCdgesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Cd	CdCdgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Cd	CdCdgesICP3.2	01.07.2000	01.10.2006
Cd	CdCdgesICP4.1	01.01.2001	30.06.2006
Cd	CdCdgesICP8.1	10.03.2003	
Cd	CdCdgesICP14.1	01.09.2006	
Cd	CdCdgesICP15.1	01.10.2006	
Cd	CdCdgesICP16.1	01.02.2007	
Cd	CdCdgesICP17.1	01.10.2006	
Cl	ClCICFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
Cl	ClCICFC1.2	01.03.1991	01.03.1994
Cl	ClCICFC1.3	01.03.1994	01.02.1995
Cl	ClCICFC1.4	01.02.1995	01.01.1996
Cl	ClCICFC1.5	15.05.1996	31.12.2003
Cl	ClCICFE1.1	15.05.1996	31.12.2000
Cl	ClCICFE2.1	01.07.1997	30.11.1999
Cl	ClCICFE2.2	01.12.1999	31.12.2003
Cl	ClCICFE3.1	01.06.1999	30.11.1999
Cl	ClCICFE3.2	01.12.1999	
Cl	ClCII1.1	01.08.1992	31.12.1998

CI	CICIIC2.1	15.12.2007	
Co	CoCogesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Co	CoCogesAAS2.1	01.01.1993	01.01.1996
Co	CoCogesAAS2.2	01.01.1996	01.06.2002
Co	CoCogesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Co	CoCogesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Co	CoCogesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Co	CoCogesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Co	CoCogesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Co	CoCogesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Co	CoCogesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Co	CoCogesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Co	CoCogesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Co	CoCogesICP8.1	10.03.2003	
Co	CoCogesICP14.1	01.09.2006	
Co	CoCogesICP15.1	01.10.2006	
Co	CoCogesICP16.1	01.02.2007	
Co	CoCogesICP17.1	01.10.2006	
Cr	CrCrgesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Cr	CrCrgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cr	CrCrgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cr	CrCrgesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Cr	CrCrgesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Cr	CrCrgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cr	CrCrgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Cr	CrCrgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2006
Cr	CrCrgesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Cr	CrCrgesICP8.1	10.03.2003	
Cr	CrCrgesICP14.1	01.09.2006	
Cr	CrCrgesICP15.1	01.10.2006	
Cr	CrCrgesICP16.1	01.02.2007	
Cr	CrCrgesICP17.1	01.10.2006	
Cu	CuCugesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Cu	CuCugesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cu	CuCugesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1992
Cu	CuCugesAAS4.1	01.11.1992	01.07.1994
Cu	CuCugesAAS5.1	01.07.1994	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS5.2	01.11.1996	31.12.2002
Cu	CuCugesAAS8.1	01.02.2005	
Cu	CuCugesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Cu	CuCugesICP1.2	01.05.1994	01.01.1997
Cu	CuCugesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cu	CuCugesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006

Cu	CuCugesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Cu	CuCugesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Cu	CuCugesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Cu	CuCugesICP8.1	10.03.2003	
Cu	CuCugesICP14.1	01.09.2006	
Cu	CuCugesICP15.1	01.10.2006	
Cu	CuCugesICP16.1	01.02.2007	
Cu	CuCugesICP17.1	01.10.2006	
Fe	FeFegesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Fe	FeFegesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Fe	FeFegesAAS6.1	01.11.2001	
Fe	FeFegesAAS7.1	15.11.2001	
Fe	FeFegesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Fe	FeFegesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Fe	FeFegesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Fe	FeFegesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Fe	FeFegesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Fe	FeFegesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Fe	FeFegesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Fe	FeFegesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Fe	FeFegesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Fe	FeFegesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Fe	FeFegesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Fe	FeFegesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Fe	FeFegesICP7.3	01.03.2008	
Fe	FeFegesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Fe	FeFegesICP8.2	01.05.2005	
Fe	FeFegesICP10.1	01.01.2004	
Fe	FeFegesICP15.1	01.10.2006	
Fe	FeFegesICP16.1	01.02.2007	
Fe	FeFegesICP18.1	01.10.2006	
F	FFIC2.1	15.12.2007	
H	HH+PHM1.1	01.01.1989	01.03.1996
H	HH+PHM1.2	01.03.1996	01.03.1997
H	HH+PHM1.3	01.03.1997	31.01.2000
H	HH+PHM1.4	01.02.2000	
H	HH+PHM2.1	01.11.1995	01.03.1996
H	HH+PHM3.1	01.03.1996	31.12.1996
H	HH+PHM4.1	01.01.2000	
H	HH+1PHM4.1	01.01.2001	
H	HH+2PHM4.1	01.01.2001	
H	HH+PHM5.1	01.01.2000	
H	HH+PHM6.1	01.06.2006	
H	HH+PHM7.1	01.06.2006	

H	HH+TIT1.1	01.05.1989	31.12.1993
H	HH+1PHM1.1	01.01.1989	
H	HH+2PHM1.1	01.01.1989	
K	KKgesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
K	KKgesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
K	KKgesAAS6.1	01.11.2001	
K	KKgesAAS7.1	15.11.2001	01.03.2003
K	KKgesAAS7.2	01.03.2003	
K	KKgesIC2.1	15.12.2007	
K	KKgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
K	KKgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
K	KKgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
K	KKgesICP2.1	01.01.1997	01.08.1998
K	KKgesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
K	KKgesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
K	KKgesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
K	KKgesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
K	KKgesICP5.1	01.07.2000	01.10.2006
K	KKgesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
K	KKgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
K	KKgesICP7.3	01.03.2008	
K	KKgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
K	KKgesICP8.2	01.05.2005	
K	KKgesICP10.1	01.01.2004	
K	KKgesICP13.1	01.03.2004	
K	KKgesICP15.1	01.10.2006	
K	KKgesICP16.1	01.02.2007	
LF	LFLFCFC1.1	01.03.2000	31.12.2003
LF	LFLFLFM1.1	01.01.1989	31.05.1997
LF	LFLFLFM1.2	01.06.1997	
LF	LFLFLFM2.1	01.06.2006	
LF	LFLFTIT1.1	01.05.1989	31.12.2000
Mg	MgMggesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Mg	MgMggesAAS2.1	01.01.1989	01.08.1993
Mg	MgMggesAAS2.2	01.08.1993	01.06.2002
Mg	MgMggesAAS6.1	01.11.2001	
Mg	MgMggesAAS7.1	15.11.2001	
Mg	MgMggesIC2.1	15.12.2007	
Mg	MgMggesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Mg	MgMggesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Mg	MgMggesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Mg	MgMggesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Mg	MgMggesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Mg	MgMggesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Mg	MgMggesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002

Mg	MgMggeslCP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Mg	MgMggeslCP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Mg	MgMggeslCP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Mg	MgMggeslCP6.1	01.07.2000	30.06.2006
Mg	MgMggeslCP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Mg	MgMggeslCP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Mg	MgMggeslCP7.3	01.03.2008	
Mg	MgMggeslCP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Mg	MgMggeslCP8.2	01.05.2005	
Mg	MgMggeslCP10.1	01.01.2004	
Mg	MgMggeslCP13.1	01.03.2004	
Mg	MgMggeslCP15.1	01.10.2006	
Mg	MgMggeslCP16.1	01.02.2007	
Mn	MnMngesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Mn	MnMngesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Mn	MnMngesAAS6.1	01.11.2001	
Mn	MnMngesAAS7.1	15.11.2001	
Mn	MnMngeslCP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Mn	MnMngeslCP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Mn	MnMngeslCP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Mn	MnMngeslCP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Mn	MnMngeslCP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Mn	MnMngeslCP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Mn	MnMngeslCP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Mn	MnMngeslCP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Mn	MnMngeslCP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Mn	MnMngeslCP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Mn	MnMngeslCP5.1	01.11.1998	30.06.2000
Mn	MnMngeslCP5.2	01.07.2000	01.10.2006
Mn	MnMngeslCP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Mn	MnMngeslCP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Mn	MnMngeslCP7.3	01.03.2008	
Mn	MnMngeslCP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Mn	MnMngeslCP8.2	01.05.2005	
Mn	MnMngeslCP10.1	01.01.2004	
Mn	MnMngeslCP15.1	01.10.2006	
Mn	MnMngeslCP16.1	01.02.2007	
N	NNgesCFC1.1	01.01.1989	01.12.1994
N	NNgesCFC1.2	01.12.1994	31.01.1995
N	NNgesCFC2.1	01.02.1995	31.12.1997
N	NNgesCFC3.1	01.04.1996	01.09.1996
N	NNgesCFC3.2	01.09.1996	31.12.1997
N	NNgesCFC4.1	01.07.1997	30.11.1999
N	NNgesCFC4.2	01.12.1999	31.12.2003

N	NNgesCFC5.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNgesCNS1.1	01.01.1989	01.10.1995
N	NNgesCNS1.2	01.10.1995	31.12.1997
N	NNgesCNS2.1	01.02.1996	01.10.1997
N	NNgesCNS2.2	01.10.1997	30.11.2004
N	NNgesCNS3.1	01.09.1997	30.11.2004
N	NNgesCNS5.1	20.08.2004	
N	NNgesTOC1.1	01.11.1999	01.12.1999
N	NNgesTOC2.1	01.12.1999	14.12.2007
N	NNgesTOC2.2	15.12.2007	
N	NNgesTOC3.1	28.08.2008	
N	NNH4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
N	NNH4CFC1.2	01.03.1991	01.12.1993
N	NNH4CFC1.3	01.12.1993	01.11.1994
N	NNH4CFC1.4	01.11.1994	31.01.1997
N	NNH4CFC2.1	01.02.1995	31.08.1996
N	NNH4CFC2.2	01.09.1996	30.06.1997
N	NNH4CFC3.1	01.07.1997	31.12.2003
N	NNH4CFC3.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNH4CFC4.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNH4CFC4.2	01.12.1999	15.02.2006
N	NNH4CFC4.3	15.01.2006	28.02.2007
N	NNH4CFC5.1	01.11.2004	28.02.2007
N	NNH4CFC6.1	01.03.2007	
N	NNH4CFC7.1	01.03.2007	
N	NNH4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
N	NNH4IC2.1	15.12.2007	
N	NNO2+3CFC1.1	01.01.1989	01.10.1989
N	NNO2+3CFC1.2	01.01.1991	31.12.1992
N	NNO2+3CFC2.1	01.10.1989	01.03.1991
N	NNO2+3CFC2.2	01.03.1991	01.11.1994
N	NNO2+3CFC2.3	01.11.1994	01.09.1995
N	NNO2+3CFC2.4	01.09.1995	31.12.2008
N	NNO2+3CFC3.1	01.02.1995	01.09.1995
N	NNO2+3CFC3.2	01.09.1995	31.08.1996
N	NNO2+3CFC3.3	01.09.1996	30.06.1997
N	NNO2+3CFC4.1	01.07.1997	30.11.1999
N	NNO2IC2.1	01.01.2008	
N	NNO3CFC4.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNO3CFC5.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNO3CFC5.2	01.12.1999	28.02.2006
N	NNO3CFC5.3	15.01.2006	28.02.2007
N	NNO3CFC5.4	01.03.2007	
N	NNO3CFC6.1	01.11.2004	28.02.2007
N	NNO3CFC6.2	01.03.2007	

N	NNO3IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
N	NNO3IC2.1	15.12.2007	
Na	NaNagesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Na	NaNagesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Na	NaNagesAAS6.1	01.11.2001	
Na	NaNagesAAS7.1	15.11.2001	01.03.2003
Na	NaNagesAAS7.2	01.03.2003	
Na	NaNagesIC2.1	15.12.2007	
Na	NaNagesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Na	NaNagesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Na	NaNagesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Na	NaNagesICP2.1	01.01.1997	01.08.1998
Na	NaNagesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Na	NaNagesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Na	NaNagesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Na	NaNagesICP5.1	01.07.2000	01.10.2006
Na	NaNagesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Na	NaNagesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Na	NaNagesICP7.3	01.03.2008	
Na	NaNagesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Na	NaNagesICP8.2	01.05.2005	
Na	NaNagesICP10.1	01.01.2004	
Na	NaNagesICP13.1	01.03.2004	
Na	NaNagesICP15.1	01.10.2006	
Na	NaNagesICP16.1	01.02.2007	
Ni	NiNigesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Ni	NiNigesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Ni	NiNigesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Ni	NiNigesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Ni	NiNigesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Ni	NiNigesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Ni	NiNigesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Ni	NiNigesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Ni	NiNigesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Ni	NiNigesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Ni	NiNigesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Ni	NiNigesICP8.1	10.03.2003	
Ni	NiNigesICP14.1	01.09.2006	
Ni	NiNigesICP15.1	01.10.2006	
Ni	NiNigesICP16.1	01.02.2007	
Ni	NiNigesICP17.1	01.10.2006	
P	PPgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
P	PPgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
P	PPgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
P	PPgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998

P	PPgeslCP2.2	01.11.1998	01.10.2006
P	PPgeslCP3.1	01.11.1998	01.10.2006
P	PPO4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
P	PPO4CFC1.2	01.03.1991	01.02.1995
P	PPO4CFC2.1	01.01.1989	01.10.1990
P	PPO4CFC2.2	01.10.1990	01.02.1995
P	PPO4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
P	PPO4IC2.1	15.12.2007	
P	PPgeslCP7.1	15.02.2003	01.04.2006
P	PPgeslCP7.2	01.03.2006	01.03.2008
P	PPgeslCP7.3	01.03.2008	
P	PPgeslCP8.1	10.03.2003	01.05.2005
P	PPgeslCP8.2	01.05.2005	
P	PPgeslCP9.1	01.09.2003	01.06.2005
P	PPgeslCP15.1	01.10.2006	
P	PPgeslCP16.1	01.02.2007	
P	PO4 berechnet	01.01.1989	
Pb	PbPbgesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Pb	PbPbgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Pb	PbPbgesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1993
Pb	PbPbgesAAS3.2	01.11.1993	01.07.1994
Pb	PbPbgesAAS4.1	01.07.1994	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Pb	PbPbgesAAS8.1	01.02.2005	
Pb	PbPbgeslCP1.1	01.06.1993	01.05.1994
Pb	PbPbgeslCP1.2	01.05.1994	15.03.1995
Pb	PbPbgeslCP1.3	15.03.1995	01.01.1997
Pb	PbPbgeslCP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Pb	PbPbgeslCP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Pb	PbPbgeslCP2.3	01.07.2000	30.06.2006
Pb	PbPbgeslCP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Pb	PbPbgeslCP3.2	01.07.2000	01.10.2006
Pb	PbPbgeslCP4.1	01.01.2001	30.06.2006
Pb	PbPbgeslCP8.1	10.03.2004	
Pb	PbPbgeslCP14.1	01.09.2006	
Pb	PbPbgeslCP15.1	01.10.2006	
Pb	PbPbgeslCP16.1	01.02.2007	
Pb	PbPbgeslCP17.1	01.10.2006	
Si	SiSigesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Si	SiSigeslCP1.1	01.01.1990	01.05.1994
Si	SiSigeslCP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Si	SiSigeslCP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Si	SiSiO2WG1.1	01.01.1989	

Sr	SrSrgesICP1.1	01.07.1994	31.12.2002
S	SSgesCNS1.1	01.01.1989	31.12.1997
S	SSgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
S	SSgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
S	SSgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
S	SSgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
S	SSgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
S	SSgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2006
S	SSgesICP7.1	15.02.2003	31.08.2003
S	SSgesICP7.2	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgesICP8.1	10.03.2003	31.08.2003
S	SSgesICP8.2	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgesICP9.1	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgesICP10.1	01.01.2004	01.04.2006
S	SSgesICP10.2	01.03.2006	01.03.2008
S	SSgesICP10.3	01.03.2008	
S	SSgesICP11.1	01.01.2004	01.06.2005
S	SSgesICP11.2	01.05.2005	
S	SSgesICP12.1	01.01.2004	
S	SSgesICP15.1	01.10.2006	
S	SSgesICP16.1	01.02.2007	
S	SSO4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
S	SSO4CFC1.2	01.03.1991	01.06.1993
S	SSO4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
S	SSO4IC2.1	15.12.2007	
S	SO4 berechnet	02.02.2000	
Ti	TiTigesICP1.1	01.11.1998	01.11.1999
Ti	TiTigesICP2.1	01.11.1998	30.06.2000
Ti	TiTigesICP2.2	01.07.2000	01.10.2006
Ti	TiTigesICP8.1	01.05.2005	
Ti	TiTigesICP16.1	01.02.2007	
Zn	ZnZngesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Zn	ZnZngesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Zn	ZnZngesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Zn	ZnZngesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Zn	ZnZngesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Zn	ZnZngesICP1.2	01.05.1994	01.01.1997
Zn	ZnZngesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Zn	ZnZngesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Zn	ZnZngesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Zn	ZnZngesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Zn	ZnZngesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Zn	ZnZngesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Zn	ZnZngesICP8.1	10.03.2003	
Zn	ZnZngesICP14.1	01.09.2006	

Zn	ZnZngesICP15.1	01.10.2006	
Zn	ZnZngesICP16.1	01.02.2007	
Zn	ZnZngesICP17.1	01.10.2006	

ELEMENTBESTIMMUNGSMETHODEN

P - Zn

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	PO ₄	IC	PPO4IC2.1	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 15.12.2007

P H O S P H A T

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,007	0,023	15,0

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D44.2.4.1
HFA-Code	D;7;1;4;1;-1;2

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/ Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Suppressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm Phosphat) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

P

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten Sammelanhang S17.1: Grundeichung + Geräteparameter Gerätekurzanleitung IC2.1	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991 Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	PO ₄	IC	PPO4IC2.1	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

Lösungen:

Eluent-Anionen: In einem 2 l-Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃ ,sowie 0,168 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l PO₄: 1 g/l Phosphat als Kaliumhydrogensulfat => 1 g/l PO₄

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄-Stammlösung und je 0,5 ml Cl- und F-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin. auf 100 ml aufgefüllt.
=> 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	PO ₄	IC	PPO4IC2.1	-	3

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	1,954 mg/l PO ₄ -P
K2IC:	0,0814 mg/l PO ₄ -P

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.1) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

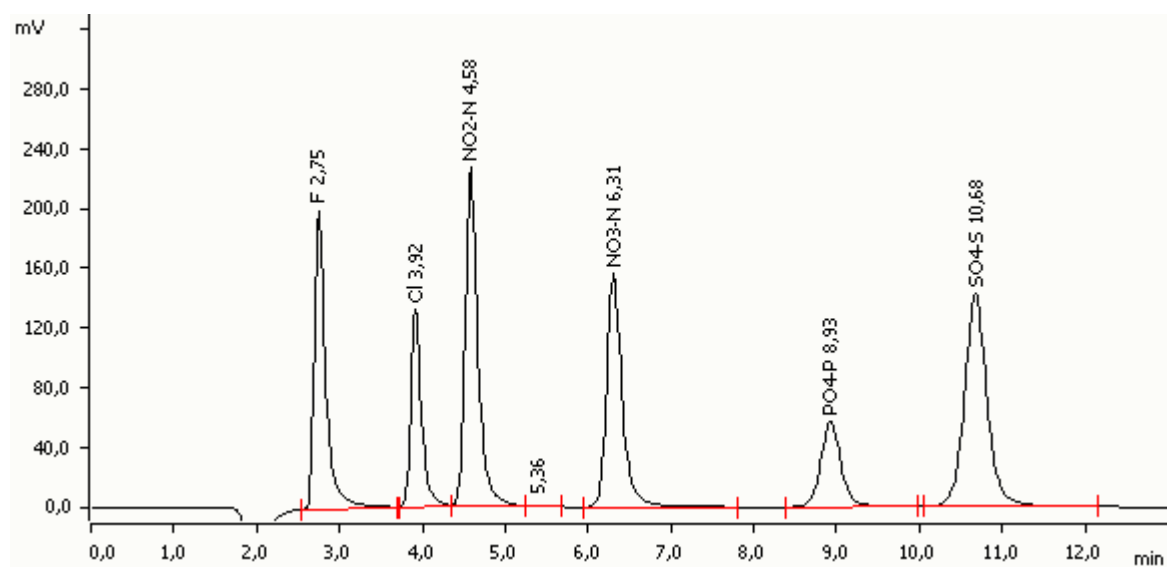
Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (1,954 mg/l P), K2IC (0,0814 mg/l P), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC).
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Phosphatkonzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogramm des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 15.02.2003

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,01	0,04	30

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.4.1 / D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenvergleich Sammelanhang S13.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l P
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

P

Standardlösungen:

Standardlösung HE10: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Mn-, je 0,5 ml der Fe- und Mg-, sowie je 1 ml der K-, Na-, P- und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l K, Na, P und S.

Standardlösung HE20: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 1 ml der Al-, Ca-, Mg- und Mn-Stammlösungen gegeben. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al, Ca, Mg und Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
HE10	20,0 mg/l P
HE20	0,0 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 BG – OMG Blank HE10
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:1

P

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S13.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 225 µl HNO₃ konz. pro 7,5 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.1	4

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %

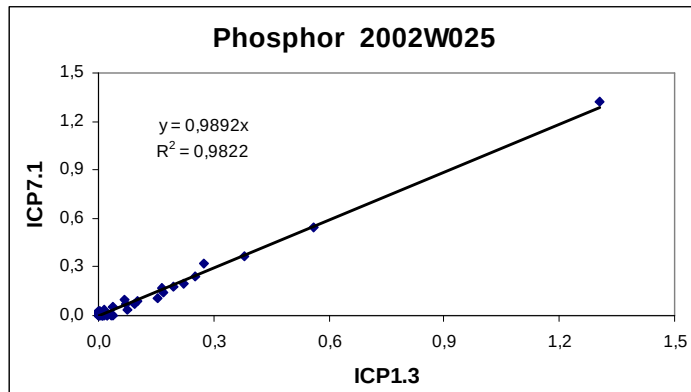
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Methodenvergleich ICP ICAP61E mit ICP Iris Advantage

Im folgenden sind Vergleichsmessungen zwischen der ICP-Methode PPgesICP1.3 und der hier beschriebenen Methode dargestellt.

- 1.) Zusammenfassung der Vergleichsmessungen von ca. 70 Proben einer Wasserserie:
Die Grafik zeigt den Vergleich zwischen der ICP1.3-Messung mit der ICP7.1-Messung.
Die Vergleichbarkeit der beiden Messungen ist gut. Die Abweichung liegt bei maximal 1,5 %.



Anhang Nr.

1

für

P

Pges

ICP(sim)

PPgesICP7.1

P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.3.2006

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,01	0,04	30

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.4.1 / D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenvergleich Sammelanhang S13.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: ICP-Standard (Fa. B. Kraft => 1 g/l P
P: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l P
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

P

Standardlösungen:

Standardlösung HE1: In einen 500 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der K- und Na, sowie je 0,25 ml der Al, Ca, Fe, Mg und Mn enthaltenden ICP-Stammlösungen gegeben. Dazu kommen je 0,1 ml der P- und S- AAS-Stammlösungen. Der Kolben wird mit 15 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 500 ml aufgefüllt.
=>0,5 mg/l Al, Ca, Fe, Mg und Mn, 1 mg/l K, Na, P und S.

Standardlösung HE10: In einen 500 ml-Glaskolben werden 0,5 ml der Mn-, je 1 ml der Fe- und Mg-, sowie je 2 ml der K-, Na-, P- und S - AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 15 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 500 ml aufgefüllt.
=> 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l K, Na, P und S.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.2	3

Standardlösung HE20: In einen 500 ml-Glaskolben werden jeweils 2 ml der Al-, Ca-, Mg- und Mn- AAS-Stammlösungen gegeben. Es werden 15 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 500 ml aufgefüllt.
=> 20 mg/l Al, Ca, Mg und Mn.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
HE10	20,0 mg/l P
HE20	0,0 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 BG – 1 Blank HE1	P 213.618 1 – OMG Blank HE10
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:1	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:1

P

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S13.2 zusammengestellt.
Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 225 µl HNO₃ konz. pro 7,5 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.2	4

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.3	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.3.2008

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, ANULLIC, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, KOMPAL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,01	0,04	30

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL, ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.4.1 / D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenvergleich Sammelanhang S13.3: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.3	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l P
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

- Standardlösung HE 0.5: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,1 ml der Al-, Mg-, Mn-, Na- und S-, 1 ml der K-, 2 ml der Fe-, sowie je 4 ml der Ca- und P-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 30 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 0,5 mg/l Al, Mg, Mn, Na und S, 5 mg/l K, 10 mg/l Fe, 20 mg/l Ca und P.
- Standardlösung HE 2.5: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K-, Mn- und S-, je 2 ml der Mg- und P-, sowie 4 ml der Na-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 30 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 2,5 mg/l Al, Ca, Fe, K, Mn und S, 10 mg/l Mg und P, 20 mg/l Na.
- Standardlösung HE 5: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,1 ml der Ca-, Fe- und K-, je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, sowie jeweils 4 ml der Al- und Mg-Stammlösungen gegeben. Es werden 30 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 0,5 mg/l Ca, Fe und K, 5 mg/l Mn, Na, P und S, 20 mg/l Al und Mg.
- Standardlösung HE 10: In einen 1000 ml-Glaskolben werden 0,1 ml der P-, 0,5 ml der Mg-, je 1 ml der Al- und Fe-, je 2 ml der Ca-, K-, Mn- und Na-, sowie 4 ml der S-Stammlösungen gegeben. Es werden 30 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 0,5 mg/l P, 2,5 mg/l Mg, 5 mg/l Al und Fe, 10 mg/l Ca, K, Mn und Na, 20 mg/l S

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.3	3

Standardlösung HE 20: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der Na- und P-, je 1 ml der Ca- und Mg-, 1,5 ml der Fe-, je 2 ml der Al- und S-, sowie jeweils 4 ml der K- und Mn-Stammlösungen gegeben. Es werden 30 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
=> 2,5 mg/l Na und P, 5 mg/l Ca und Mg, 7,5 mg/l Fe, 10 mg/l Al und S, 20 mg/l K und Mn.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.3), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
HE 0.5	20,0 mg/l P
HE 2.5	10,0 mg/l P
HE 5	5,0 mg/l P
HE 10	0,5 mg/l P
HE 20	2,5 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	ANULL ANULLIC EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze	ANULL ANULLIC EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Element: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 BG – 2,5 Blank HE 10 HE 20	P 213.618 2,5 – OMG HE 0.5 HE 2.5 HE 5 HE 20
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-Korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:1	<u>Untergrund-Korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:1

P

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP7.3	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S13.3 zusammengestellt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 180 µl HNO₃ konz. pro 6 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03 !

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 20 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %.
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

P

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 10.03.2003

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,01	0,04	30

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien der Elemente Fe und Ti werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S14.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l P

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Mn, je 0,5 ml der Fe- und Mg-, sowie je 1 ml der Na-, P-, und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l Na, P und S.

Standardlösung A2: In einen 250 ml-Glaskolben werden je 1 ml der Al-, K- und Mn- sowie 0,5 ml der Ca-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 mg/l Al, K und Mn, 10 mg/l Ca.

Standardlösung A3: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
A1	20,0 mg/l P
A2	0,0 mg/l P
A3	0,0 mg/l P
A4	0,0 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 BG – OMG Blank A1
Bemerkungen:	Untergrund- Korrektur Pos. links: 7 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 1

P

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschluss-Lösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

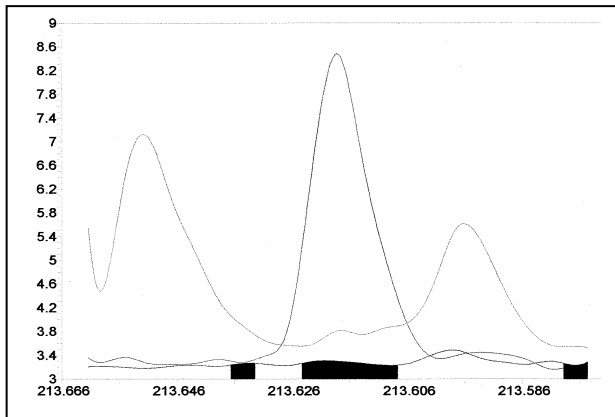
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

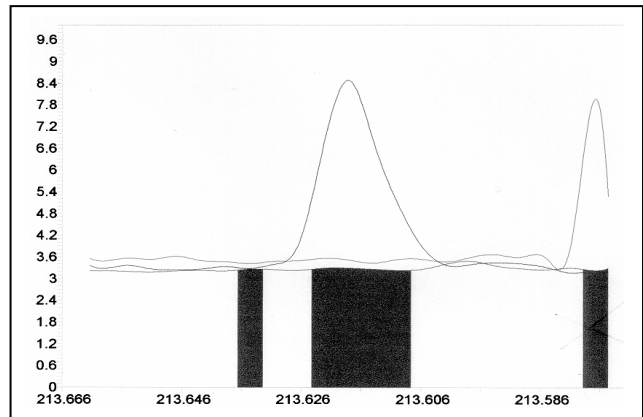
Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Fe (100 ppm) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Ti (50 ppm) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Anhang Nr.

1

für

P

Pges

ICP(sim)

PPgesICP8.1

P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.05.2005

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,01	0,04	30

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien der Elemente Cu, Fe und Ti werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörung und ihre Korrektur Sammelanhang S14.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
Multipette der Fa. Eppendorf
Dilutor der Fa. Hamilton Microlab plus 1000

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l P

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l
Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Ti, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

P

Standardlösungen:

Standardlösung A1SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Al- und Mg-, 0,25 ml der Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni- sowie 0,5 ml der Zn- ICP-Stammlösungen, sowie je 1 ml der Na-, P- und S - AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 ppm Na, P und S, 10 ppm Al und Mg, je 1000 ppb Cd, Co, Cr, Cu und Ni, 2000 ppb Zn.

Standardlösung A2SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Ca- und Fe-, je 1 ml der Mn- und Ba- und 0,5 ml der Pb - ICP-Stammlösungen, sowie 0,5 ml der 5 g/l K- AAS-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 10 ppm Ca, Fe und K, 4 ppm Mn und Ba, 2000 ppb Pb.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.2	3

Standardlösung A3SM: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg- und 1 ml der Mn - AAS-Stammlösungen, sowie 2,5 ml der 1 g/l Ti- ICP-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg 20 ppm Mn, 10 ppm Ti.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.2), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
A1SM	20,0 mg/l P
A2SM	0,0 mg/l P
A3SM	0,0 mg/l P
A4	0,0 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	5,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DAN1.1Boden DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 BG – OMG Blank A1SM
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: - Pixelanzahl: -

P

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP8.2	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Cäsiumlösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschlusslösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

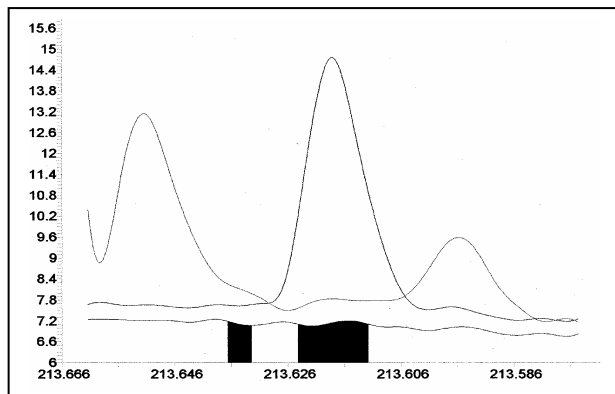
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

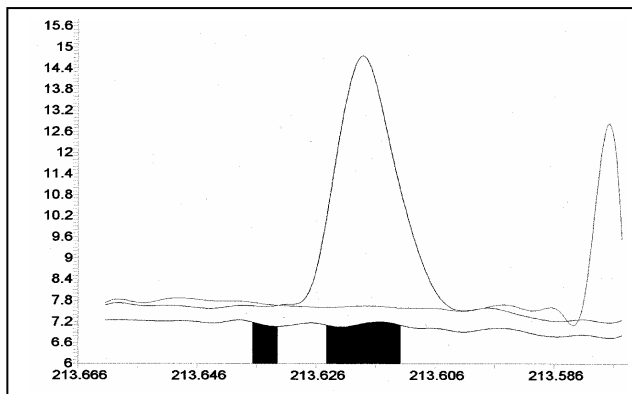
P

Linienstörungen und ihre Korrektur:

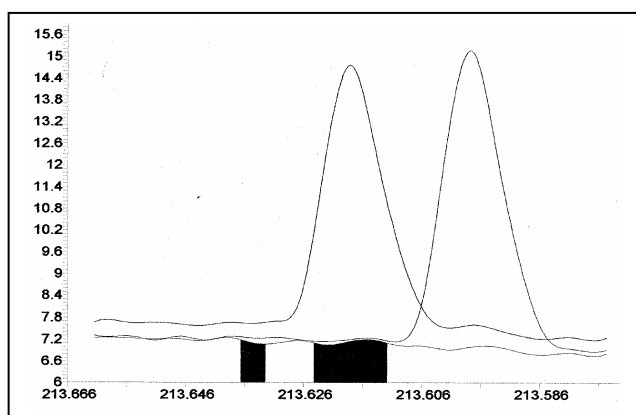
Fe (100 ppm) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Ti (40 ppm) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Cu (100 ppb) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Anhang Nr.

1

für

P

Pges

ICP(sim)

PPgesICP8.2

P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP9.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.09.2003

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2	0,01	0,029	30

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien der Elemente Fe und Ti werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP9.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l P
Fe, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

P

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der Fe-, Mg- und Mn-, sowie je 1 ml der Na-, P-, und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 10 mg/l Fe, Mg und Mn, 20 mg/l Na, P und S.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
A1	20,0 mg/l P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	P	ICP(sim)	PPgesICP9.1	3

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	DANPS
Linie:	P
Wellenlänge:	213.618
Messbereich [mg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank A1
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>korrektur:</u> Pos. links: 7 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Anhang 2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

P

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

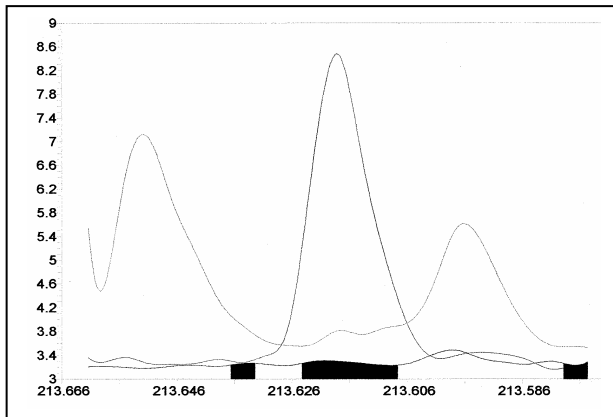
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

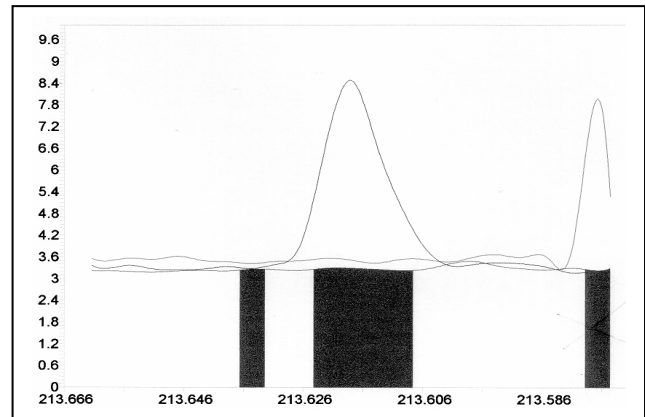
Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Fe (100 ppm) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Ti (50 ppm) Störung bei P213.618 (0,5 ppm)



Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats:	4	Light Source:	ICAP
Delay time:	0 seconds		
Sample flush time:	90 seconds		
		☒	Auto-Increment Sample Names
		☐	Use Sample Weight Corrections
		☐	Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range:	30	Concentration	
High WL Range:	1		

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1350 W
Nebulizer Flow:	30.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties	
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample 1	
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location 8	
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only	
Add Action			☒ Continue on 2nd QC failure	
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure sec	
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC	
Add Action				
End Actions			Autosampler	
	Operation	Failure Action	Standard rinse time 1 sec	
1	K1	None	☒ Sipper step ahead	
Add Action			Step ahead-time 30 sec	
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?				

P

Internal Standard

Internal Standard Timing Group			Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines		
Sc 255.237 {132}	P 213.618 {157}		Sc 255.237 {132}
		>>	
		<<	
Select Internal Stds...			
Gate 1 (sec):	0		
Gate 2 (sec):	0		
☒ Use as Internal Std Only			

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
P 213.618 {157}	21	3	10	3	☒	7	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	6	3	☒	1	2	☒	14	2

Element Standard Report

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		A1*		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
P 213.618 {157}	☒	0	☒	20	0,000351	0,028777	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	20	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Anhang Nr.

2

für

P

Pges

ICP(sim)

PPgesICP9.1

P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP15.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2006

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, ANULLIC, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,002	0,007	30

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL, ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.4.1 / D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;2;2;-1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gerätevergleich ICP-Iris / iCAP6500 Sammelanhang S19.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP15.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l P
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung DAN 1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,05 ml der Cd-, je 0,1 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie 0,25 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,025 ml der Zn-, je 0,25 ml der Fe- und Mn-, sowie 1 ml der Ca - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,05 ml der P-, je 0,25 ml der K- und S-, sowie je 1 ml der Al-, Mg- und Na - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 µg/l Cd, 40 µg/l Co, Cr und Ni, 100 µg/l Cu und Zn, 1 mg/l Fe, Mn und P, 4 mg/l Ca, 5 mg/l K und S, 20 mg/l Al, Mg und Na.

Standardlösung DAN 2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,025 ml der Cd-, je 0,05 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie je 0,5 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,075 ml der Zn-, je 0,1 ml der Al-, Fe- und Mg-, 0,25 ml der Ba-, sowie je 2,5 ml der Ca- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP15.1	3

Weiteren werden je 0,25 ml der Na- und P-, sowie 1,5 ml der K - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 10 µg/l Cd, 20 µg/l Co, Cr und Ni, 200 µg/l Cu und Pb, 300 µg/l Zn, 0,4 mg/l Al, Fe und Mg, 1 mg/l Ba, 5 mg/l Na und P, 10 mg/l Ca und Mn, 30 mg/l K.

Standardlösung DAN 3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,075 ml der Cd-, 0,15 ml der Cr- und Ni-, 0,2 ml der Co- und 0,75 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Ca-, 0,15 ml der Zn-, je 0,25 ml der Na- und Ti-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,5 ml der P-, je 1 ml der K- und S-, sowie 1,5 ml der Mg - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 30 µg/l Cd, 60 µg/l Cr und Ni, 80 µg/l Co, 300 µg/l Cu, 600 µg/l Zn, 0,4 mg/l Ca, 1 mg/l Na und Ti, 2 mg/l Al, Fe und Mn, 10 mg/l P, 20 mg/l K und S, 30 mg/l Mg.

Standardlösung DAN 4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,1 ml der Cd-, 0,15 ml der Co-, je 0,2 ml der Cr- und Ni-, sowie je 1 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Mn- 0,125 ml der K-, 0,25 ml der Zn-, sowie 1 ml der Fe - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Al- und Mg-, je 1 ml der Ca- und P-, sowie 1,5 ml der Na - AAS-Standardlösungen zugegeben.
=> 40 µg/l Cd, 60 µg/l Co, 80 µg/l Cr und Ni, 400 µg/l Cu und Pb, 1000 µg/l Zn, 0,4 mg/l Mn, 0,5 mg/l K, 4 mg/l Fe, 10 mg/l Al und Mg, 20 mg/l Ca und P, 30 mg/l Na.

Standardlösung DAN 5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,5 ml der Mn-, sowie 1,5 ml der Fe - ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen je 0,25 ml der Al- und Mg-, je 0,5 ml der K-, Na- und S-, 0,75 ml der P-, sowie 2 ml der Ca-AAS-Standardlösungen.
=> 2 mg/l Mn, 5 mg/l Al und Mg, 6 mg/l Fe, 10 mg/l K, Na und S, 15 mg/l P, 40 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP15.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S19.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
DAN 1	1,0 mg/l P
DAN 2	5,0 mg/l P
DAN 3	10,0 mg/l P
DAN 4	20,0 mg/l P
DAN 5	15,0 mg/l P

<u>Kontrollstandards</u>	
K1	10,0 mg/l P
K26	2,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	ANULL ANULLIC DAN1.1 DAN2.2 EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 axial BG – OMG Blank DAN 1 DAN 2 DAN 3 DAN 4 DAN 5
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 16 Pixelanzahl: 1

P

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP15.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S19.1 zusammengestellt.

Pflanzenaufschlusslösungen (Untersuchungsmethode DAN2.2) werden direkt aus den säuregespülten Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt) gemessen.

Pflanzenaufschlusslösungen (Untersuchungsmethode DAN1.1) werden in 13 mm Proberöhrchen abgefüllt und gemessen.

Alle anderen wässrigen Lösungen werden nach dem Abfüllen in 13 mm Proberöhrchen mit 0,2 ml HNO₃, 65 %, p.a. versetzt. Als Verdünnungsfaktor muss in diesem Fall 1,03 in die Probengebertabelle eingegeben werden.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1 oder K26; Messung nach der Eichung, alle 20 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen / Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen / Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	NHARZ: erlaubte Abweichung 10 %, Wasser HE1, erlaubte Abweichung 5 %

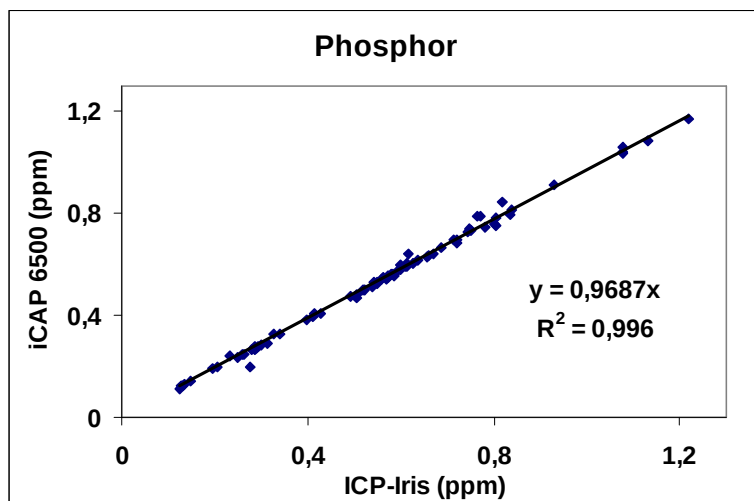
P

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Gerätevergleich ICP-Iris / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode PPgesICP7.2 und der hier beschriebenen Methode an der Pflanzenaufschluss-Serie 2006P001 (80 Proben).



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP16.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.02.2007

P H O S P H O R

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,003	0,01	30

geeignet für:

Boden	DANF1.1, OAKW1.1, DAN1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.6.1
HFA-Code	D;4;2;2;-1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP6500	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002
Sammelanhang S20.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987
Kurzanleitung ICP4.1	
Kurzanleitung ICP-DV2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP16.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
Dilutor der Fa. Hamilton, Microlab plus 1000

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l P
Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg,
Mn, Na, Ni, Pb, Ti, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S:
AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

P

Standardlösungen:

Standardlösung GA1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der Cd-, sowie je 0,25 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Zn-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- Mn- und Na-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,1 ml der P- und S, 0,25 ml der K- sowie 1 ml der Ca-AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 2 mg/l Al, Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP16.1	3

Standardlösung GA2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,25 ml der Cd-, sowie jeweils 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,2 ml der Zn-, 0,25 ml der K-, je 0,5 ml der Mg- und Pb-, 1 ml der Ba-, sowie je 5 ml der Al- und Fe-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Mn-, Na- und P-, sowie 2 ml der Ca-AAS-Standardlösung zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 40 mg/l Ca.

Standardlösung GA3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,375 ml der Cd- und 0,75 ml der Cu-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,25 ml der Ca-, 0,3 ml der Zn- und 2 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, je 2 ml der Al-, K- und Mg-, sowie 5 ml der Fe-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cu, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, Na, P und S, 40 mg/l Al und K, 100 mg/l Fe.

Standardlösung GA4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der As-, je 0,25 ml der Na- und Mn- sowie 0,5 ml der Ti-ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,05 ml der P-, 0,25 ml der S-, je 1 ml der K- und Mg-, 2 ml der Fe- sowie je 5 ml der Al- und Ca-AAS-Standardlösungen. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l As, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 40 mg/l Fe, 100 mg/l Al und Ca.

Standardlösung GA5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 0,75 ml der Co- und Ni- sowie 1 ml der Cr-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,4 ml der Zn- und 4 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Ca-, Mn-, Na- und P sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, K- Mg- und S-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 300 µg/l Co und Ni, 400 µg/l Cr, 1600 µg/l Zn, 5 mg/l Ca, Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, Mg, K und S, 16 mg/l Ti.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP16.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S20.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
GA1	2,0 mg/l P
GA2	10,0 mg/l P
GA3	20,0 mg/l P
GA4	1,0 mg/l P
GA5	5,0 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN1.1Boden DAN1.1PS DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	P 213.618 axial BG –OMG Blank GA1 GA2 GA3 GA4 GA5
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: - Pixelanzahl: - Pos. rechts: 14 Pixelanzahl: 1

P

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP16.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S20.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet. Königswasserauflösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

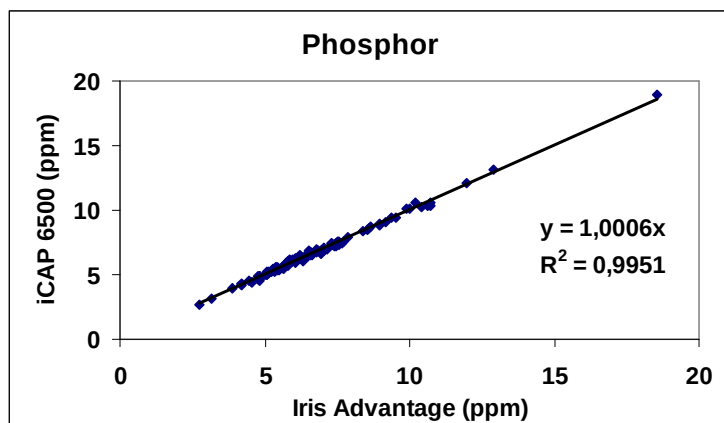
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, NFBVH, Solling15-35; erlaubte Abweichung 10%

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode PPgesICP8.2 und der hier beschriebenen Methode an der Königswasseraufschluss-Serie 2007H007.



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	AAS(G)	PbPbgesAAS8.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.02.2005

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1	0,75	2,4	150

geeignet für:

Boden	DANF1.1, OAKW1.1
Pflanze	DAN2.2
Humus	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 15586
HFA	D6.1.4.1, D6.1.6.3
HFA-Code	D;2;1;4;2;7;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Ein definierter Tropfen der Probelösung wird in einem Graphitrohr, das sich im Strahlengang des AAS-Gerätes befindet, elektrisch in mehreren Schritten auf bis zu 2500 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt, so dass sich für kurze Zeit eine Atomwolke im Graphitrohr befindet. Mit einer Hohlkathodenlampe wird elementspezifisches Licht erzeugt, und durch das Graphitrohr geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

Pb

Störungen:

Organische Substanzen in der Probelösung verbrennen unter Rauchbildung, so dass durch unspezifische Lichtabsorption ein zu hoher Cd-Gehalt vorgetäuscht werden kann. Diese Untergrundstörung kann durch einen Pyrolyseschritt im Graphitrohr-Aufheizprogramm beseitigt werden. Unspezifische Lichtabsorption durch Verdampfen getrockneter Salzzurückstände kann durch Untergrundkompensation nach dem Zeeman-Verfahren beseitigt werden.

Pb bildet leichtflüchtige Chloride, die bereits beim Pyrolyseschritt entweichen können. Diese Störung kann durch Matrixmodifikation beseitigt werden, bei der die Chloride in schwerflüchtige Phosphate überführt werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(G) 2.1 Kurzanleitung AAS-DV3.1	B. Welz: Fortschritte in der atomspektrometrischen Spurenanalytik 1+2 Weinheim, 1984

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	AAS(G)	PbPbgesAAS8.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Analytic Jena AAS ZEE nit 600s

Probengeber MPE 60

Querbeheiztes Graphitrohr aus Pyrokohlenstoff mit eingesetzter Gabelplattform aus Pyrokohlenstoff

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur (Fa. Merck).

Magnesiumnitrat-Hexahydrat Mg(NO₃)₂ * 6 H₂O zur Analyse (Fa. B. Kraft).

Ammoniumdihydrogenphosphat NH₄H₂PO₄ zur Analyse (Fa. Fluka Chemie).

Lösungen:

Matrixmodifikator 1: 1 g Mg(NO₃)₂ wird in einen 100 ml PFA-Kolben eingewogen und mit H₂O bidemin. aufgefüllt. Diese Lösung wird 1:20 verdünnt verwendet.

Matrixmodifikator 2: 1 g NH₄H₂PO₄ wird in einen 100 ml PFA-Kolben eingewogen und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l

Cd, Cu: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung SM 1: In einen 100 ml PFA-Kolben werden 50 µl Cd-, 300 µl Cu- und 1500 µl Pb-Stammlösung gegeben, mit 3 ml HNO₃ suprapur versetzt, und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 500 µg/l Cd, 3000 µg/l Cu, 15000 µg/l Pb.
Von dieser Lösung wird 1 ml in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃ versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 5 µg/l Cd, 30 µg/l Cu, 150 µg/l Pb.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	AAS(G)	PbPbgesAAS8.1	3

Einzelbestimmung:

<u>Standardreihe</u>	
	[µg/l]
Blank:	0,0
Std. 1:	30,0
Std. 2:	60,0
Std. 3:	90,0
Std. 4:	120,0
Std. 5:	150,0
Rekalibrationsstandard	120,0

Mehrelementbestimmung:

	Cd [µg/l]	Cu [µg/l]	Pb [µg/l]
Blank:	0,0	0,0	0,0
S1:	1,0	6,0	30,0
S2:	2,0	12,0	60,0
S3:	3,0	18,0	90,0
S4:	4,0	24,0	120,0
S5:	5,0	30,0	150,0

<u>Kontrollstandard</u>	
K30 (QC 1)	75,0 µg/l Pb

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS (G) 2.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am AAS-Gerät durch Laden der Methode PbPbgesAAS8.1 eingestellt. Sie sind im Anhang 1 zusammengestellt.

Alle Proben werden **zweimal** (in unabhängigen Läufen) gemessen. Weichen die Ergebnisse der Gehaltsbestimmungen mehr als **10 %** voneinander ab, so wird eine dritte Messung durchgeführt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Pb

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K30 (QC1); Messung nach der Eichung, alle 10 Proben und nach jeder Rekalibration; erlaubte Abweichung 5 %.
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die Mittelwerte der gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Geräteparameter AAS(Fl) Analytic Jena ZEEnit 600s**Spektrometer**

Linie	283.3	Spalt	0.8 nm
Lampen-Typ	HKL	Lampenstrom	3.0 mA
Integrations-Art	Integralwert	Integr. Zeit	4.0 s
PMT	315.0 V	Feldmodus	2-Feld
AZ-Zeit	4.0 s	Peak-Glättung	2/5
Verzögerung	0 s		
Feldstärke (Max)	0.8 T	Feldstärke (Med)	---

Ofen

Rohrform: Plattform Heizzyklen: 0
 Lebensdauer: 0
 Clean Temp. : 2200°C Heizrate: 500°C/s Halten: 6.0 s

Nr	Typ	Temp [°C]	Rate [°C/s]	Halten [s]	Zeit [s]	Gas		Aktionen		
						Spülg	Zus.gas	AZ/s	Int/s	Inj A/V
1	Trocknen	80	6	15	25	Max	Stopp			
2	Trocknen	90	10	15	16	Max	Stopp			
3	Trocknen	100	10	15	16	Max	Stopp			
4	Pyrolyse	500	100	15	18	Max	Stopp			
5	AZ*	500	0	6	5	Stopp	Stopp	0	5.7	
6	Atomisieren	1400	1400	3	3.8	Stopp	Stopp			
7	Ausheizen	2300	FP	3	3	Max	Stopp			

Pb**Probengeber**

Probengeber	MPE 60	Teller-Typ	89 Positionen
Arbeitsweise	kontinuierlich	Spülen	nach jeder Probe
Spülzyklen	2	Injekt. Volumen	20 µl
		Ablagetiefe	-1.4 mm
Geschwindigkeit	3	Verdünnungs-Meth.	im Mischgefäß
Verdünnung	automat. Verdünnung		
Vor Verdünnung	keine Wiederholung		
Modifikator 1	3 µl MgNO ₃ 0,05 %		
Modifikator 2	3 µl NH ₄ H ₂ PO ₄ 1 %		
Modifikator 3	---	thermische Vorbeh.	aus

QC-Parameter

QC-Art	Konz.-Kontrolle		--
QC Kontrollpr.1	K30	QC Kontrollpr.2	--
Konz.	75.0 µg/L	Konz.	--
Fehlergrenze	± 5 %	Fehlergrenze	--
Messwiederh.	Ein	Reaktion	Rekalib.+Fortsetz.
QC-Std. 1 Nr.	--	QC-Std. 1 Nr.	--
QC-Std. 1 Grenze	--	QC-Std. 1 Grenze	--
Reakt. QC-Std	--	Erwart. Blindw. Ex	
Erwart. Blindw. Ex.	0.0100 ± 0.0100	Reaktion	Marke + Fortsetz.
QC Präzision	aus		
		Reaktion	aus
QC Graphitrohr	aus	QC Rekal.-Faktor	aus

Kalibrations-Bedingungen

Kalib.Verfahren	Standard-Kalibr.	Kalib.-Einheit	µg/l
Anzahl Std.	5	Umrechnungs-Fak.	1000
Art d. Ref.-Proben	--	Herstellung Std.	durch Verdünnen
		Blindwertkorr.	---
		Rekalibrier-Std. Nr.	4
Ausgabe-Einheit	µg/L	Umrechnungs-Fak.	1
Kalib.Statistik	aus	Messzyklen	2
		Leerzyklen	0
Stammlösung 1	150.000 µg/L	Stammlösung 2	--
Stammlösung 3	--	Stammlösung 4	--
Typ d. Kal. Kurve	nichtlinear	Achsenabschnitt	berechnen
Wichtung	aus	Grubbs-Stat.	---
Prüf. d. Kal.Kurve	1 x neu vermessen		

Pb**Proben-Statistik**

Stat.Art	aus	Messzyklen	1
Sign.Niveau	99 %	Leerzyklen	0
Grubbs-Stat.	---		

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)/USN	PbPbgesICP2.3	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.07.2000

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL 1.1; DAN2.2		(1)	300

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1
Humus	
Pflanze	DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.4.3 / D6.1.6.6
HFA-Code	D;4;2;3;1;9;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axial gestellte Argonplasmafackel und ein Ultraschall-Zerstäuber (USN) eingesetzt. Dadurch wird der Plasmafackel eine wesentlich höhere Aerosolkonzentration zugeführt, was zu einer 5-10-fach höheren Signal-Intensität führt. Um ein günstigeres Signal-Rausch-Verhältnis zu erhalten, wird Pb nach dem Verfahren von Crawford/Kunselman bei der angegebenen Wellenlänge in 1. und 2. Ordnung (Linie I und II) gemessen und gewichtet verrechnet (Linie ges).

Pb

Störungen:

Die Elemente Al, Cr, Co, Fe, Mn und Ti stören durch Linienüberlagerung (Al, Co, Fe, Ti) oder in der Nähe liegende Linien (Cr) bei hoher Konzentration und die Elemente Mo und Si stören durch einen strukturierten Untergrund. Für Al, Fe, Mn und Ti werden diese Störungen durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren behoben. Bei den Elementen Cr, Co, Mo und Si kommt es nur bei hohen Konzentrationen des Störelements, die in der Regel nicht in den Probelösungen vorkommen, zu Störungen. Werden die im Anhang 1 genannten Konzentrationen der Störelemente überschritten, so sind die gemessenen Pb-Gehalte falsch. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen bei der Verwendung eines USN werden durch CsCl-Zusatz minimiert.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S6.3: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV1.2/2.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)/USN	PbPbgesICP2.3	2

Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

Analysengeräte und Zubehör:

ICAP 61E Trace Analyser der Fa. Thermo Jarrell Ash mit axialer Plasmafackel
 Probengeber TJA 300 (umgebaut auf 2 Racks mit je 48 Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt))
 mit Staubabdeckhaube
 Rechner mit Software Thermospec (Version 6.0)
 Ultraschall-Zerstäuber U 5000 AT⁺ der Fa. Cetac
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Yttrium (Y) Standardlösung 1000 mg/l für ICP in 5 % HNO₃

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Yttrium/Cäsium-Lösung: 0,63 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 2 ml Yttrium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Pb
 1 ml davon wird in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃, 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt => 0,01 g/l
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 1 ml davon wird jeweils in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 0,01 g/l
 Al, As, Mg, Mn, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Ca, Fe, Mg, Mn, P, S, Ti: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung ICPUT5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml Cd, 0,5 ml Cr, 2,5 ml Co, 2,5 ml Cu, 2,5 ml Ni und 2,5 ml As der 0,01 g/l enthaltenden Stammlösungen gegeben; dazu kommen 0,05 ml Pb, 0,125 ml Zn, 0,5 ml Al, 0,5 ml Fe, 0,5 ml Mg und 0,625 ml Mn der 1g/l enthaltenden Stammlösungen. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)/USN	PbPbgesICP2.3	3

=> 20 µg/l Cd, 20 µg/l Cr, 100 µg/l Co, 100 µg/l Cu 100 µg/l Ni, 100 µg/l As, 200 µg/l Pb, 500 µg/l Zn, 2 mg/l Al, 2mg/l Fe, 2 mg/l Mg und 2,5 mg/l Mn.

Standardlösung ICPUT8: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,5 ml Mg-, 0,5 ml P-, 0,5 ml S-, 1 ml Al-, 1 ml Fe-, 1 ml Mn- 1 ml Ti- und 2 ml Ca- der 5g/l enthaltenden AAS-Standardlösung gegeben, mit HNO₃, 65 %, p.a versetzt und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.

=> 20 mg/l Al, 40 mg/l Ca, 20 mg/l Fe, 10 mg/l Mg, 20 mg/l Mn, 10 mg/l P, 10 mg/l S und 20 mg/l Ti.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S6.3), für die verschiedenen Methoden verwendet. (Der Standard ICPUT8 wird wegen der Störelemente benötigt. Er enthält kein Pb.)

<u>Standards</u>	
Blank:	0,0 µg/l Pb
ICPUT5:	200,0 µg/l Pb
ICPUT8:	0,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K21	40,0 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	ANULUT GBLUT EXTUT DANUT	ANULUT GBLUT EXTUT DANUT	ANULUT GBLUT EXTUT DANUT
Linie:	Pb (I)	Pb (II)	Pb (ges)
Wellenlänge:	220,351	220,351	
Messbereich [µg/l]:	-	-	BG - OMG
<u>Standards:</u>	Blank ICPUT5 ICPUT8	Blank ICPUT5 ICPUT8	Blank ICPUT5 ICPUT8
<u>Bemerkungen:</u>	Crawford/ Kunselman- Korrektur Wichtung: 57 % Peak Offset Position +11 Untergrund- korrektur: -8	Crawford/ Kunselman- Korrektur Wichtung: 43 % Peak Offset Position -11 Untergrund- korrektur: +17	Crawford/ Kunselman- Korrektur, Linie aus I und II berechnet Interelement- korrektur bei Al, Fe, Mn, Ti

Pb

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)/USN	PbPbgesICP2.3	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP2.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S6.3 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Y als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Yttrium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Als Probengefäße für den umgebauten Probengeber TJA 300 werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Bodenextrakte werden mit 600 µl HNO₃ konz. pro 20 ml Probe versetzt.

Schwermetall-Wasserproben (versetzt mit 1 ml HNO₃ konz. pro 100 ml Probe) werden mit 400 µl HNO₃ konz. pro 20 ml Probe versetzt.

Salpetersaure Druckaufschlußlösungen (DANUT) werden ohne Zusatz direkt aus den Probengefäßen gemessen.

Achtung: Bei Bodenextrakten und Schwermetallwasserproben müssen beim Erstellen der Autosampler-Table (siehe Gerätekurzanleitung ICP2.1) folgende Verdünnungsfaktoren eingegeben werden:

<u>Probelösung</u>	<u>Faktor</u>
Bodenextrakte	1,03
SM-Wasserproben	1,02

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K21; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser SM1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen (Linie Pb ges) werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER bzw. RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.2 bzw. 2.1) bearbeitet.

Pb

Linienstörungen und ihre Korrektur

Tabelle 1a:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der Pb-Messung:

<u>Störelement</u>	<u>Spektrum</u> (Abb.)	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrundkorrektur		Keine Korrektur
		Faktorermittlung (Abb.)	Korrekturfaktor 1	Korrekturfaktor 2	Untergrundpunkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Al bei Pb (I)	1						
Al bei Pb (II)	2						
Al bei Pb(ges)		3	0,1253*	-			
Fe bei Pb (I)	4						
Fe bei Pb (II)	5						
Fe bei Pb(ges)		6	0,0873*	-			
Ti bei Pb (I)	7						
Ti bei Pb (II)	8						
Ti bei Pb(ges)		9	0,1045*	-			
Mn bei Pb (I)	10						
Mn bei Pb (II)	11						
Mn bei Pb(ges)		12	0.1*	-			
Cr bei Pb (I)	13						0,5
Cr bei Pb (II)	14						2
Cr bei Pb(ges)							0,5
Si bei Pb (I)	15						5
Si bei Pb (II)	16						10
Si bei Pb(ges)							5
Co bei Pb (I)	17						10
Co bei Pb (II)	18						-
Co bei Pb (ges)							10
Mo bei Pb (I)	19						0,2
Mo bei Pb(II)	20						0,5
Mo bei Pb(ges)							0,2

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb. 1: Al (20 ppm) Störung bei Pb(I) (10 ppb)

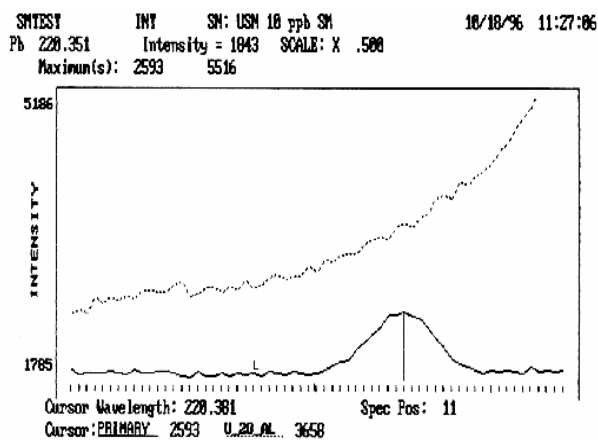


Abb. 2: Al (20 ppm) bei Pb(II) (10 ppb)

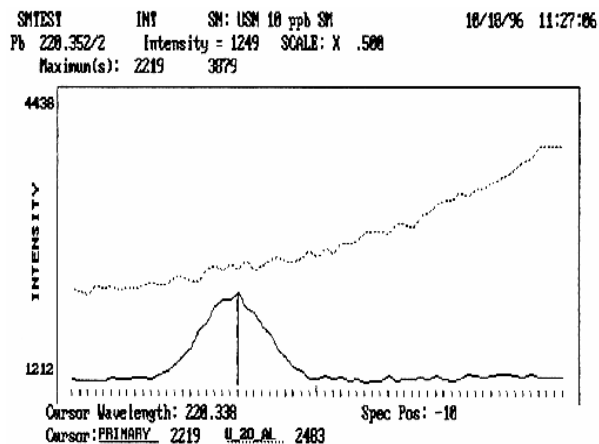


Abb. 3: IEC-Faktorermittlung:

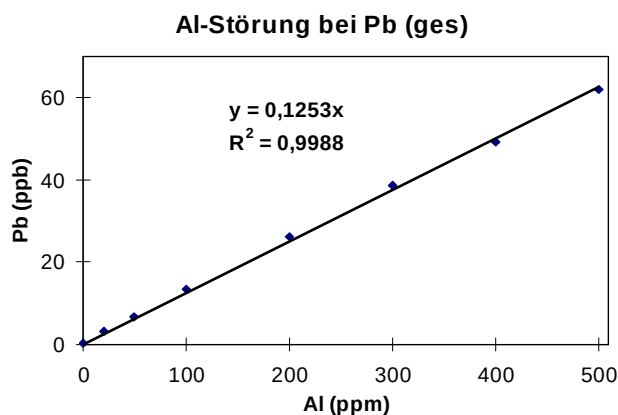


Abb. 4: Fe (100 ppm) Störung bei Pb(I)(10 ppb)

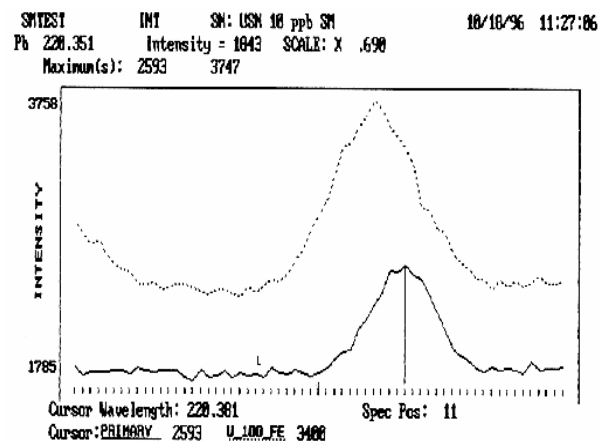


Abb. 5: Fe (100 ppm) Störung bei Pb(II)(10 ppb)

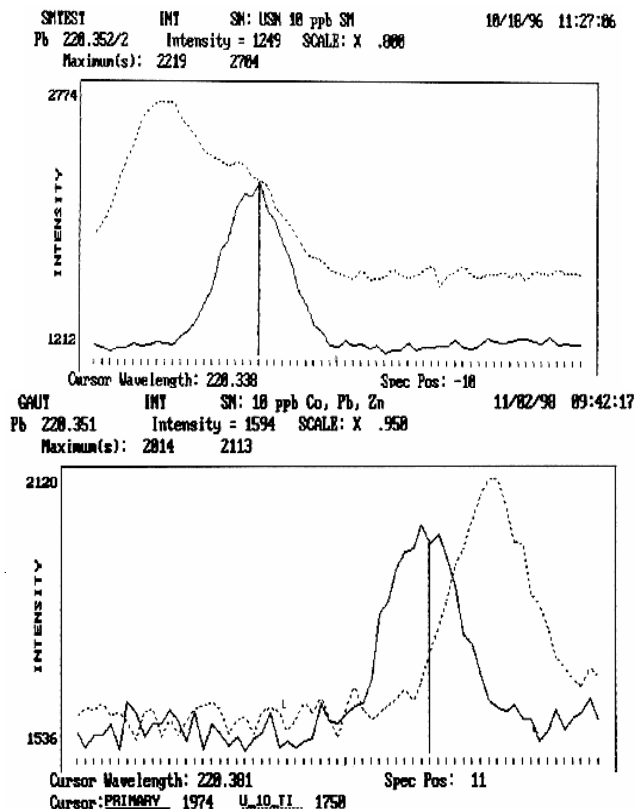


Abb. 6: IEC-Faktorermittlung

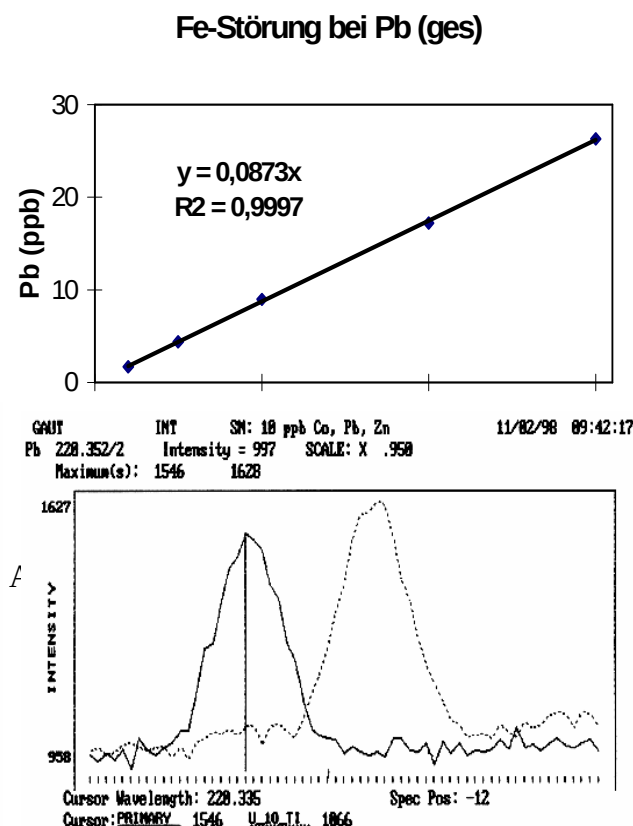


Abb. 9: IEC-Faktorermittlung

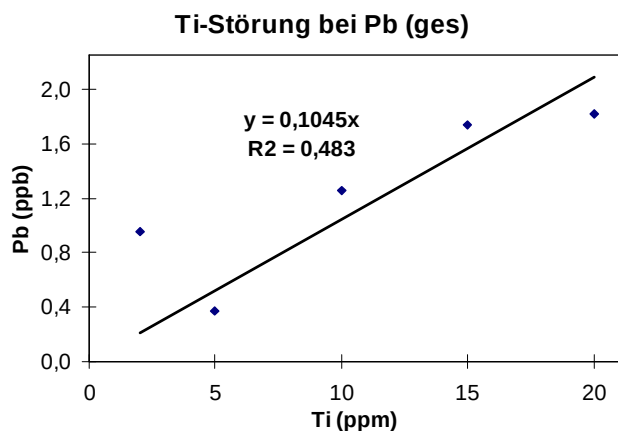


Abb. 10: Mn (20 ppm) Störung bei Pb(I) (5 ppb)

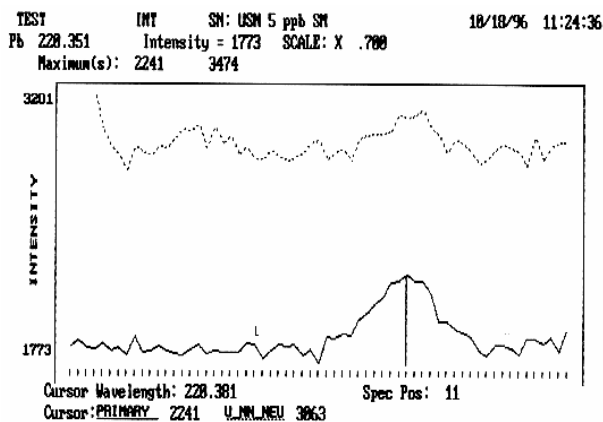


Abb. 11: Mn (20 ppm) Störung bei Pb(II) (5 ppb) Abb. 1: IEC-Faktorermittlung

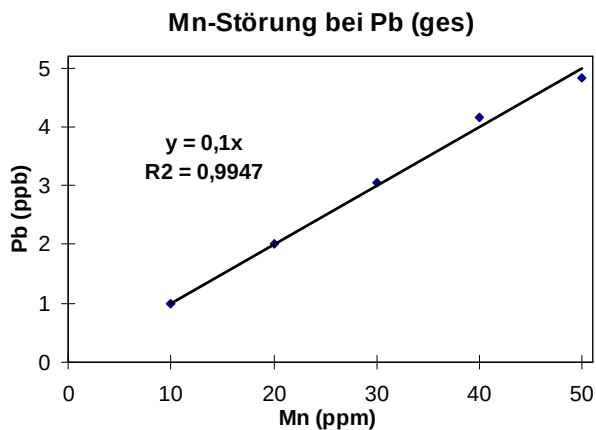
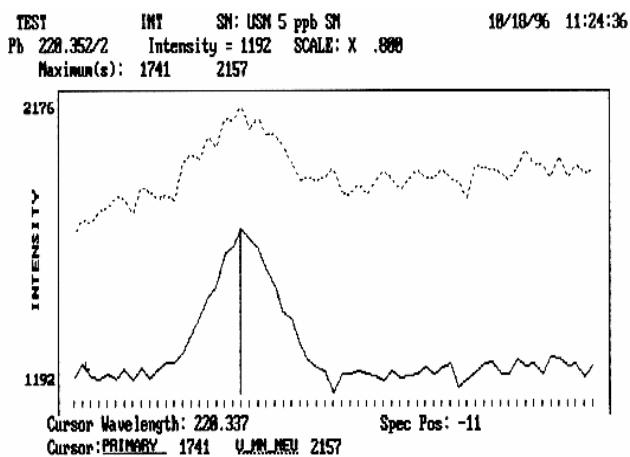
**Pb**

Abb. 13: Cr (1 ppm) Störung bei Pb(I) (10 ppb)

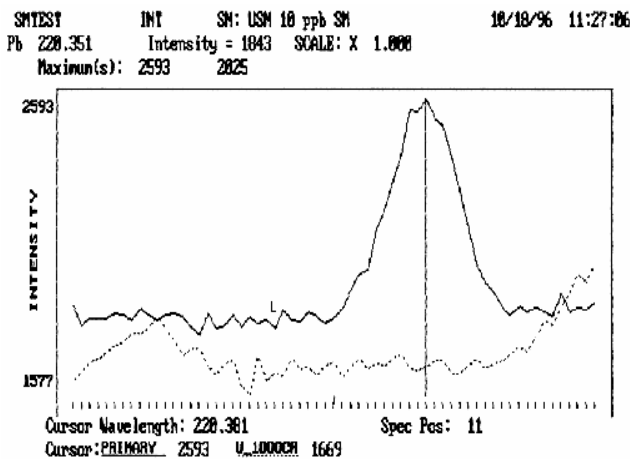


Abb. 14: Cr (1 ppm) Störung bei Pb(II) (10 ppb)

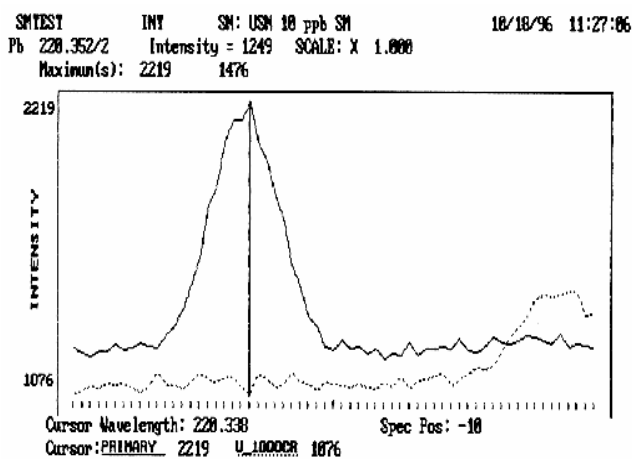


Abb. 15: Si (20 ppm) Störung bei Pb(I) (10 ppb)

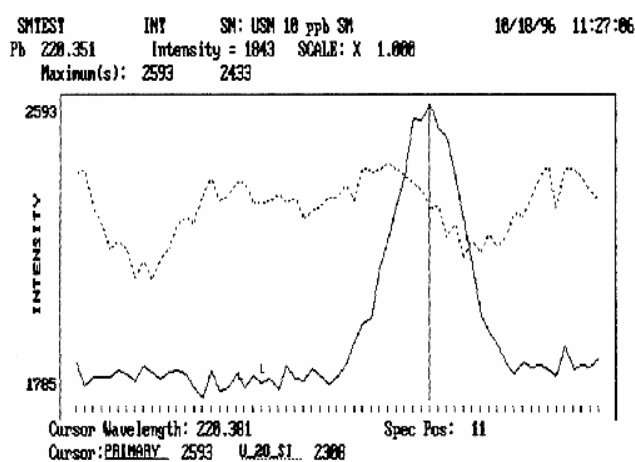


Abb.16: Si (20 ppm) Störung bei Pb(II) (10 ppb)

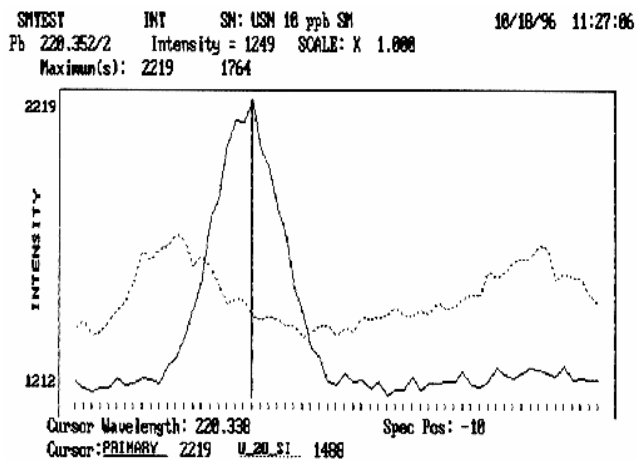


Abb. 17: Co (1 ppm) Störung bei Pb(I) (10 ppb)

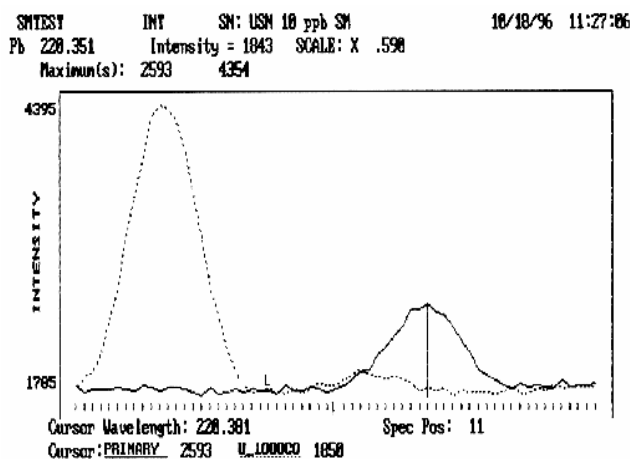
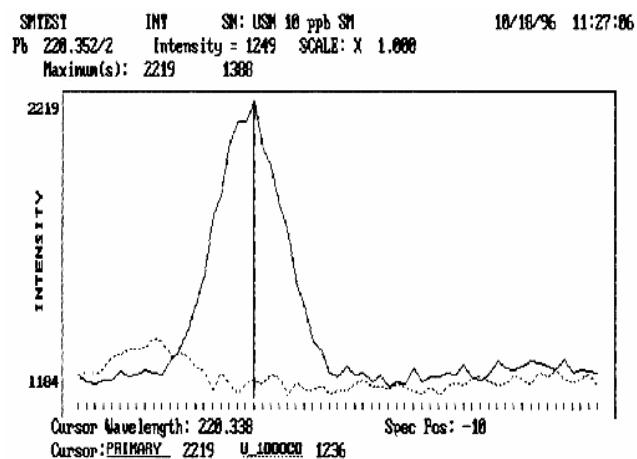


Abb. 18: Co (1 ppm) Störung bei Pb(II) (10 ppb)



Pb

Abb. 19: Mo (10 ppm) Störung bei Pb(I) (10 ppb)

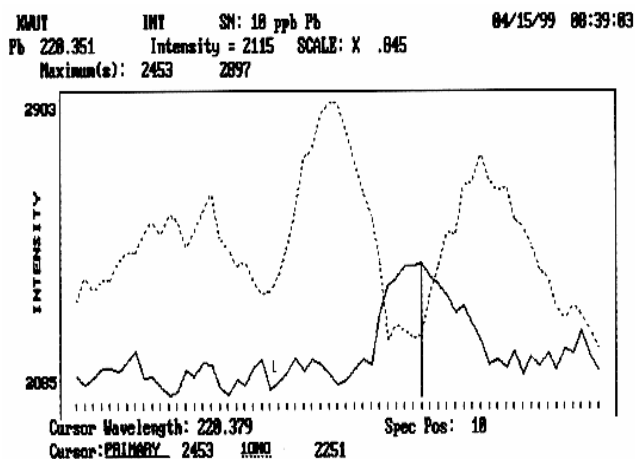
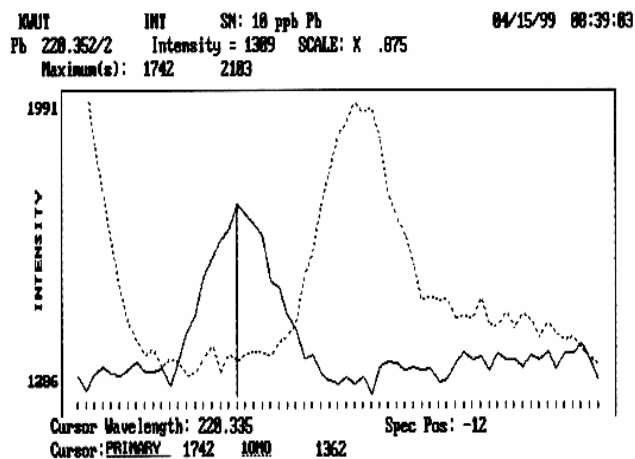


Abb.20: Mo (10 ppm) Störung bei Pb(II) (10 ppb)



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP4.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.2001

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
EXTEDTA1.1	3,5	10,5	15 000

geeignet für:

Boden	EXTEDTA1.1
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.5.3
HFA-Code	D;4;2;2;-1;5;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axial gestellte Argonplasmafackel eingesetzt, was zu einer 2-5-fach höheren Signalintensität führt (günstigeres Signal-Rausch-Verhältnis).

Pb

Störungen:

Die Elemente Al, Fe und Ti stören durch Linienüberlagerung. Diese Störungen werden bei Al und Fe durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren behoben. Beim Element Ti wird die Störung durch die geeignete Lage von Untergrundkorrekturpunkten beseitigt. Wird die im Anhang 1 genannte Konzentration des Störelementes Ti überschritten, so sind die gemessenen Pb-Gehalte falsch. (siehe Anhang 1)

Die Elemente Fe und Al werden mit einem 20 ppm Fe bzw. Al enthaltenden Standard geeicht. Die dadurch bedingte Ungenauigkeit der Messung für Fe und Al im Bereich oberhalb 200 ppm ist wegen des niedrigen IEC-Faktors jedoch zu vernachlässigen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S12.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV1.2/2.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP4.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

ICAP 61E Trace Analyser der Fa. Thermo Jarrell Ash mit axialer Plasmafackel

Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber

Argonbefeuchter der Fa. Thermo Jarrell Ash

Probengeber TJA 300 (umgebaut auf 2 Racks mit je 48 Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt)) mit Staubabdeckhaube

Rechner mit Software Thermospec (Version 6.0)

Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Na-EDTA (Titriplex III) ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)

Lösungen:

0,1m EDTA-Lösung: In einen 1 l-Kolben wird eine Ampulle Titriplex III gegeben und mit H_2O bidemin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l

As, Ba, Cd, Cr, Co, Cu, Ni, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Fe, Ti: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung EDTA1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden jeweils 0,25 ml Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni-, 0,5 ml Zn- sowie 2,5 ml Pb- der 1 g/l enthaltenden Stammlösungen gegeben und mit 0,1 molarer EDTA-Lösung auf 250 ml aufgefüllt.

=> 1000 $\mu g/l$ Cd, 1000 $\mu g/l$ Co, 1000 $\mu g/l$ Cr, 1000 $\mu g/l$ Cu, 1000 $\mu g/l$ Ni, 10 000 $\mu g/l$ Pb, 2000 $\mu g/l$ Zn.

Standardlösung EDTA2: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 1 ml Al-, Fe- und Ti der 5 g/l enthaltenden AAS-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,1 ml As und 0,5 ml Ba der 1g/l enthaltenden Stammlösungen. Es wird mit 0,1 molarer EDTA-Lösung auf 250 ml aufgefüllt.

=> 20 mg/l Al, 20 mg/l Fe, 20 mg/l Ti, 2 mg/l Ba, 400 $\mu g/l$ As.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP4.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S12.1), für die verschiedenen Methoden verwendet (Der Standard EDTA2 wird wegen der Störelemente benötigt. Er enthält kein Pb.):

<u>Standards</u>	
Blank	0 µg/l Pb
EDTA1	10000 µg/l Pb
EDTA2	0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K23	1000 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	EDTA	EDTA	EDTA
Linie:	Pb (I)	Pb (II)	Pb (ges)
Wellenlänge:	220,351	220,351	
Messbereich [µg/l]:	-	-	BG - OMG
<u>Standards:</u>	Blank	Blank	Blank
	EDTA1	EDTA1	EDTA1
	EDTA2	EDTA2	EDTA2
<u>Bemerkungen:</u>	Crawford/ Kunselman- Korrektur Wichtung: 57% Peak Offset Position +11 Untergrund- korrektur: -8	Crawford/ Kunselman- Korrektur Wichtung: 43% Peak Offset Position -11 Untergrund- korrektur: +17	Crawford/ Kunselman- Korrektur, Linie aus I und II berechnet <u>Interelem.-</u> Korrektur: bei Al, Fe, Ti

Pb

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP2.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S12.1 zusammengestellt.

Als Probengefäße für den umgebauten Probengeber TJA 300 werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP4.1	4

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K23; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen (Linie Pb ges) werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER, bzw. RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.2 bzw. 2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur

Tabelle 1a:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der Pb-Messung:

<u>Störelement</u>	<u>Spektrum</u> <u>(Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrund-Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Al bei Pb (I)	1						
Al bei Pb (II)	2						
Al bei Pb(ges)		3	0,1109*	-			
Fe bei Pb (I)	4						
Fe bei Pb (II)	5						
Fe bei Pb(ges)		6	0,0543*	-			
Ti bei Pb (I)	7				-8	50	
Ti bei Pb (II)	8				+17	50	

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Pb

Abb. 1: Al (50 ppm) Störung bei Pb(I) (50 ppb)

Abb. 2: Al (50 ppm) bei Pb(II) (50 ppb)

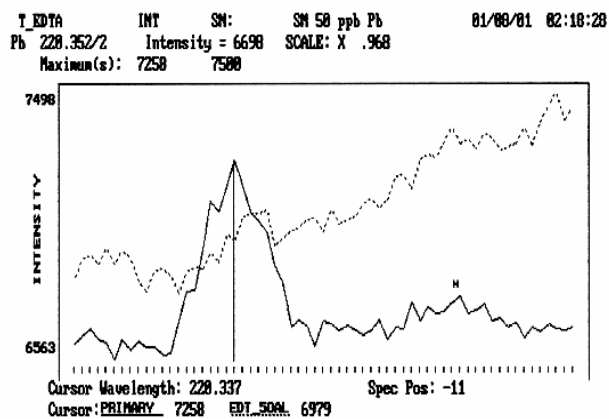
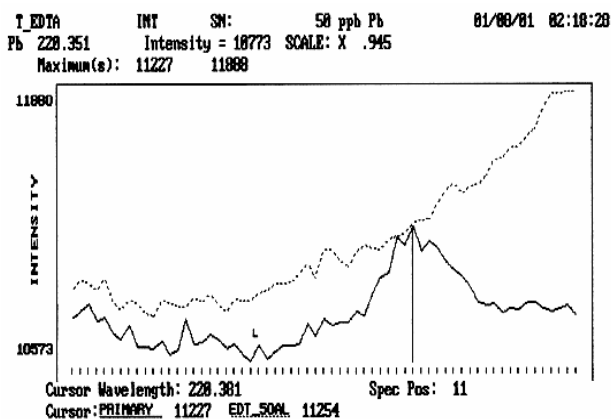


Abb. 3: IEC-Faktorermittlung:

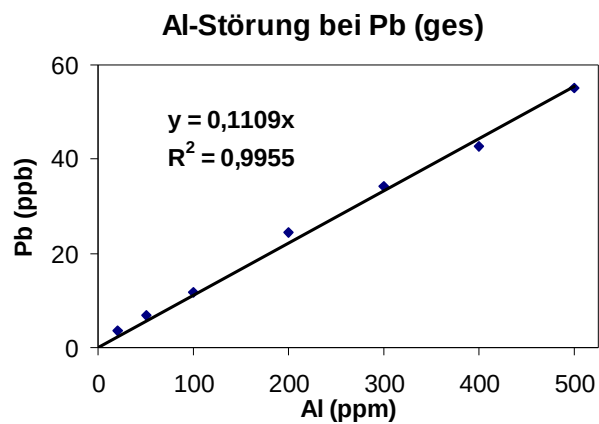


Abb. 4: Fe (250 ppm) Störung bei Pb(I)(50 ppb)

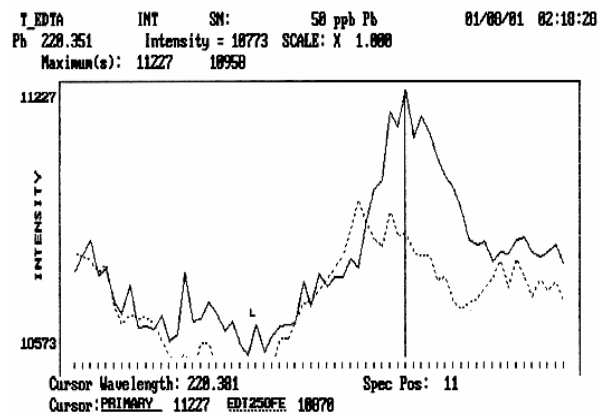


Abb. 5: Fe (250 ppm) Störung bei Pb(II)(50 ppb) Abb. 6: IEC-Faktorermittlung

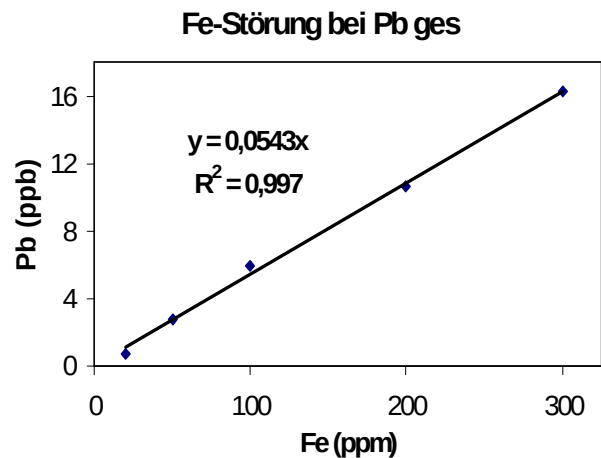
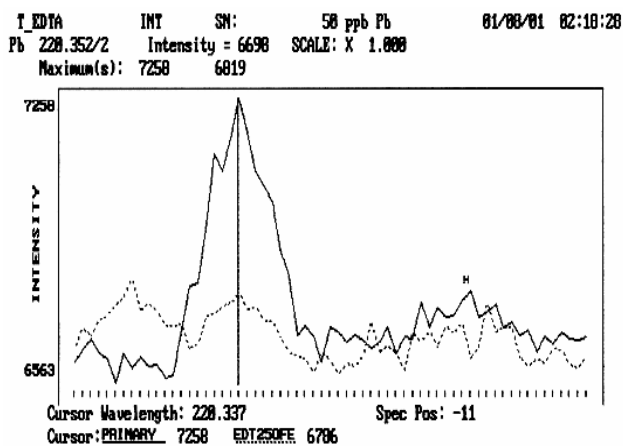
**Pb**

Abb. 7: Ti (20 ppm) Störung bei Pb(I) (50 ppb)

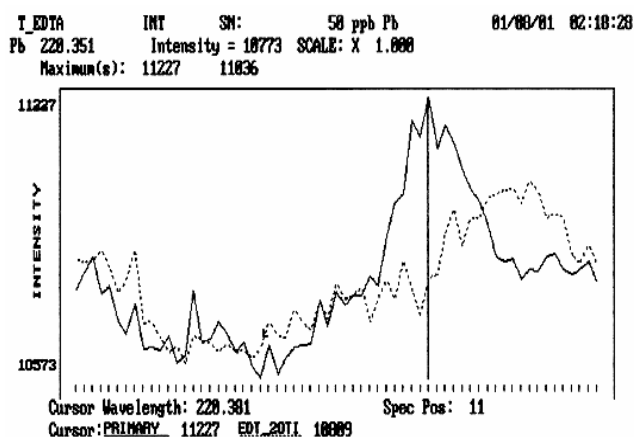
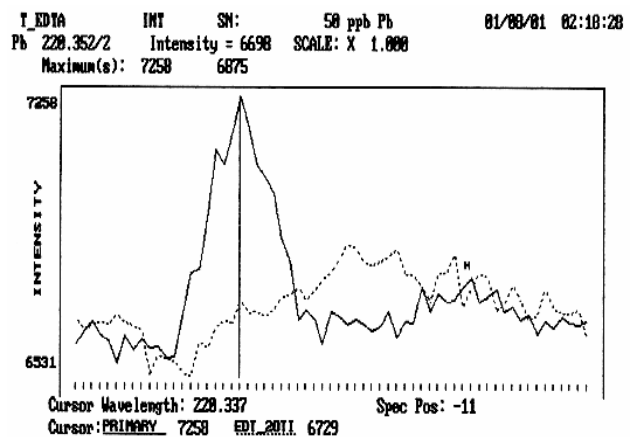


Abb. 8: Ti (20 ppm) Störung bei Pb(II) (50 ppb)



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP8.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 10.03.2004

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	4,3	14,4	3000

geeignet für:

Boden	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.6.6
HFA-Code	D;4;1;2;2;6;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Pb

Störungen:

Die Elemente Al und Ti stören durch Linienüberlagerung. Diese Störungen werden durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis ermittelter Korrekturfaktoren behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S14.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP8.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf
 Dilutor der Fa. Hamilton Microlab plus 1000

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Flaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa. B. Kraft)=> 1 g/l Pb

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Al, Ca, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Ti, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Al- und Mg-, 0,25 ml der Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni-, sowie 0,5 ml der Zn-ICP-Stammlösungen, sowie je 1 ml der Na-, P- und S -AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 ppm Na, P und S, 10 ppm Al und Mg, je 1000 ppb Cd, Co, Cr, Cu und Ni, 2000 ppb Zn.

Standardlösung A2SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Ca- und Fe-, je 1 ml der Mn- und Ba- und 0,5 ml der Pb - ICP-Stammlösungen, sowie 0,5 ml der 5 g/l K- AAS-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 10 ppm Ca, Fe und K, 4 ppm Mn und Ba, 2000 ppb Pb.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP8.1	3

Standardlösung A3SM: In einen 250 ml-Flaskkolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg- und 1 ml der Mn - AAS-Stammlösungen, sowie 2,5 ml der 1 g/l Ti- ICP-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg 20 ppm Mn, 10 ppm Ti.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Flaskkolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.2), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Pb
A1SM	0,0 µg/l Pb
A2SM	2000 µg/l Pb
A3SM	0,0 µg/l Pb
A4	0,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	500 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Pb 220.353 BG – 3000 Blank A2SM
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 4 Pixelanzahl:2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl:1

Pb

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP8.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschluss-Lösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

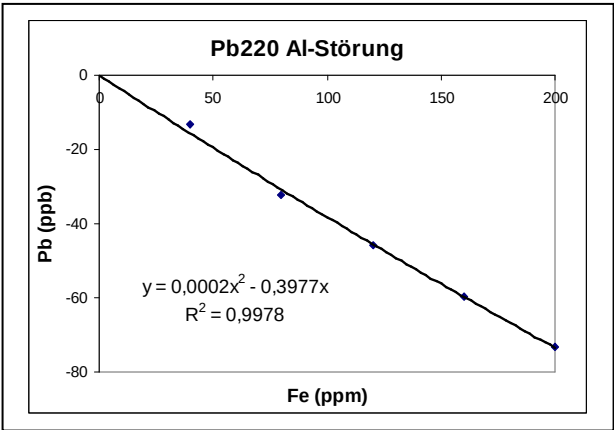
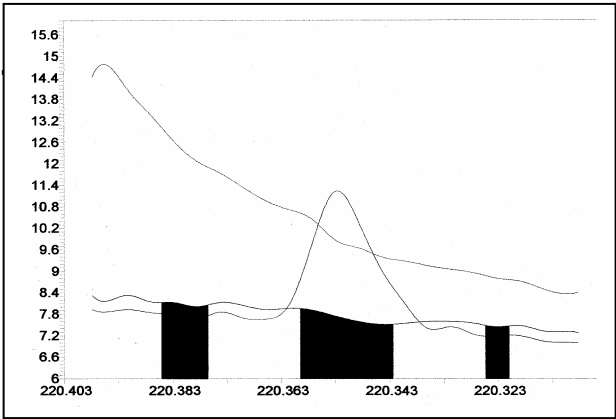
Pb

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Tabelle 1a:
Störungen und ihre Korrektur bei der Pb-Messung:

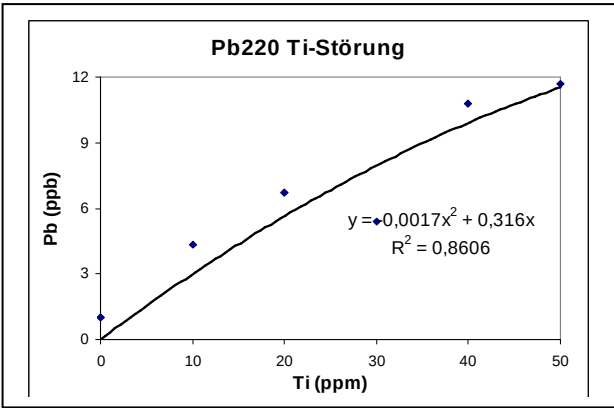
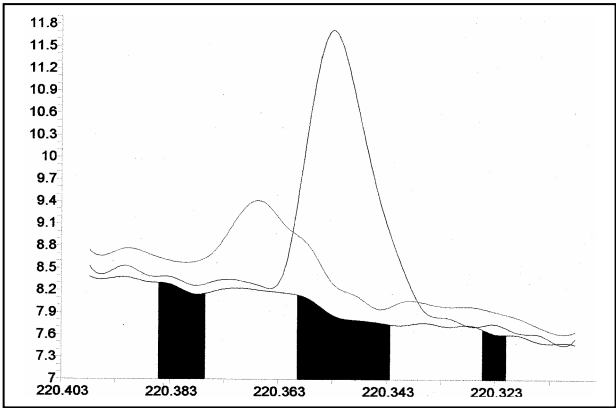
<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>		
		Interelementkorrektur		
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2
Al	1	2	-0,3977	0,0002
Ti	3	4	0,316	-0,0017

Fe (100 ppm) Störung bei Pb220.353 (200 ppb) Abb. 2: IEC-Faktorermittlung



Pb

Ti (50 ppm) Störung bei Pb220.353 (200 ppb) Abb. 4: IEC-Faktorermittlung



Anhang Nr. 1

Pb	Niges	ICP(sim)	PbPbgesICP8.1
----	-------	----------	---------------

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP14.1	3

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.09.2006

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, DAN2.2	0,23	0,77	100

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D1.1.4.2
HFA-Code	D;4;2;3;1;1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, werden eine axial gestellte Plasmafackel und ein Ultraschall-Zerstäuber eingesetzt. Dadurch wird der Plasmafackel eine wesentlich höhere Aerosolkonzentration zugeführt, was zu einem 5-10-fach höheren Messsignal führt.

Pb

Störungen:

Das Element Aluminium stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelement-Korrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Schwankungen in der Aerosolerzeugung werden durch Messung mit internem Standard beseitigt.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002
Anhang 2 Gerätevergleich Trace Analyzer / iCAP6500	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987
Sammelanhang S18.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden	
Gerätekurzanleitung ICP4.1	
Kurzanleitung ICP-DV2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP14.1	4

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Ultraschall-Zerstäuber U 5000 AT⁺ der Fa. Cetac
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec für Probengeber
 Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt)
 Rechner mit Software iTeva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
 1000 ml Messkolben aus Glas

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Y-Standardlösung 1000 mg/l für ICP in 5% HNO₃

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Yttrium/Cäsium-Lösung: 0,9 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 0,4 ml Yttrium-Standardlösung sowie 30 ml 65 % HNO₃ suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Pb

Stammlösungen:

Pb: Lösung A: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Pb
 Pb: Lösung B: 1:10 Verdünnung von Lösung A => 0,1 g/l Pb
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Zn: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
 Al, Ca, Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung SM 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 50 µl der Cd-, Co-, Cr- und Ni-, 100 µl der Cu- und Pb- sowie 625 µl der Zn- Lösung B sowie 2,5 ml der 1 g/l enthaltenden Ca-ICP-Standardlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 ppb Cd, Co, Cr und Ni, 40 ppb Cu und Pb, 250 ppb Zn, 10 ppm Ca

Standardlösung IEC: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 1 ml der Al- und Ti -ICP-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 4 ppm Al und Ti

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP14.1	5

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S18.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Pb
SM 1	40,0 µg/l Pb
IEC	0,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K25	50,0 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	ANULLSM DAN2.2
Element: Wellenlänge: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Pb 220.353 BG – 100 Blank SM 1
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite 3 Pixelhöhe 1 <u>Untergrundkorrektur:</u> Pos. links: 5 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 15 Pixelanzahl: 2

Pb

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP14.1	6

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisionsnummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S18.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Y als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Yttrium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Wasserproben werden mit 400 µl HNO₃ 65 % suprapur pro 20 ml Probe versetzt. Als Verdünnungsfaktor wird in die zu erstellende Probengebertabelle 1,02 eingegeben (siehe Gerätekurzanleitung ICP4.1).

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K25; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser SM1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

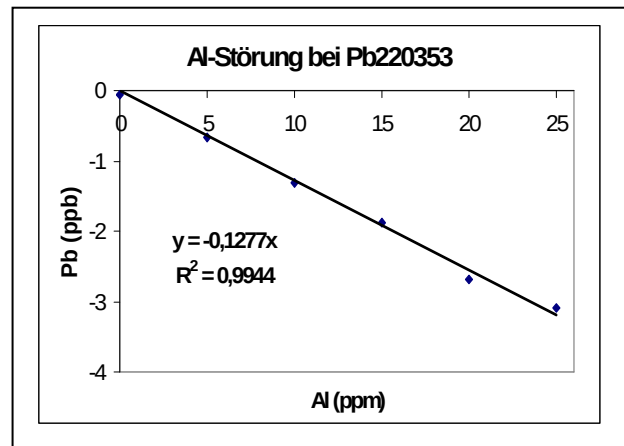
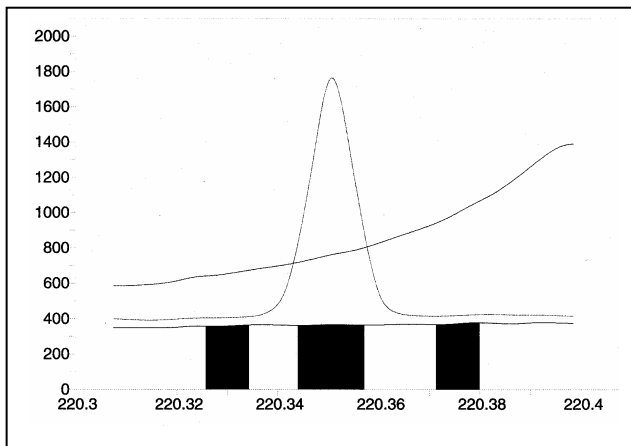
Die gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Pb

Linienstörung und ihre Korrektur:

Al (20 ppm) Störung bei Pb220.353 (50 ppb)

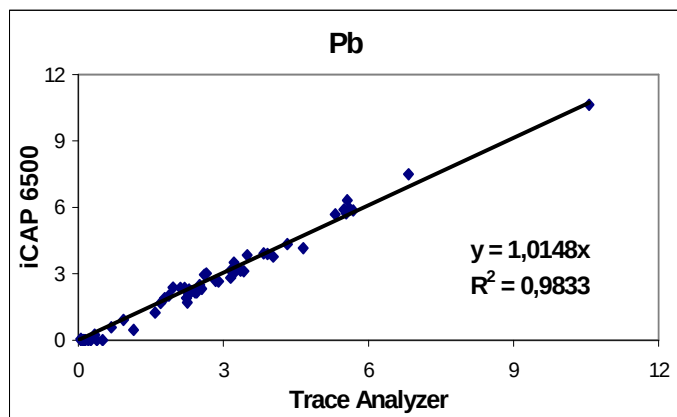
IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,1277)



Der Interelementkorrekturfaktor muss in regelmäßigen Abständen angepasst werden.

Gerätevergleich Trace Analyzer / iCAP 6500

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode PbPbgesICP2.3 und der hier beschriebenen Methode an der Serie 2006W042.



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP15.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2006

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN2.2	1,2	3,7	500

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	DAN2.2
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.6.6
HFA-Code	D;4;2;2;-1;1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Pb

Störungen:

Das Element Aluminium stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Gerätevergleich ICP-Trace / iCAP6500 Sammelanhang S19.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP15.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml und Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: Lösung A: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Pb
Pb: Lösung B: 1:10 Verdünnung von Lösung A => 0,1 g/l Pb
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Zn: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ti:
ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S:
AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Pb

Standardlösungen:

Standardlösung DAN 1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,05 ml der Cd-, je 0,1 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie 0,25 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,025 ml der Zn-, je 0,25 ml der Fe- und Mn-, sowie 1 ml der Ca - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,05 ml der P-, je 0,25 ml der K- und S-, sowie je 1 ml der Al-, Mg- und Na - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 µg/l Cd, 40 µg/l Co, Cr und Ni, 100 µg/l Cu und Zn, 1 mg/l Fe, Mn und P, 4 mg/l Ca, 5 mg/l K und S, 20 mg/l Al, Mg und Na.

Standardlösung DAN 2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,025 ml der Cd-, je 0,05 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie je 0,5 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,075 ml der Zn-, je 0,1 ml der Al-, Fe- und Mg-, 0,25 ml der Ba-, sowie je 2,5 ml der Ca- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Na- und P-, sowie 1,5 ml der K - AAS-

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP15.1	3

Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 10 µg/l Cd, 20 µg/l Co, Cr und Ni, 200 µg/l Cu und Pb, 300 µg/l Zn, 0,4 mg/l Al, Fe und Mg, 1 mg/l Ba, 5 mg/l Na und P, 10 mg/l Ca und Mn, 30 mg/l K.

Standardlösung DAN 3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,075 ml der Cd-, 0,15 ml der Cr- und Ni-, 0,2 ml der Co- und 0,75 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Ca-, 0,15 ml der Zn-, je 0,25 ml der Na- und Ti-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,5 ml der P-, je 1 ml der K- und S-, sowie 1,5 ml der Mg - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 30 µg/l Cd, 60 µg/l Cr und Ni, 80 µg/l Co, 300 µg/l Cu, 600 µg/l Zn, 0,4 mg/l Ca, 1 mg/l Na und Ti, 2 mg/l Al, Fe und Mn, 10 mg/l P, 20 mg/l K und S, 30 mg/l Mg.

Standardlösung DAN 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,1 ml der Cd-, 0,15 ml der Co-, je 0,2 ml der Cr- und Ni-, sowie je 1 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Mn- 0,125 ml der K-, 0,25 ml der Zn-, sowie 1 ml der Fe - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Al- und Mg-, je 1 ml der Ca- und P- sowie 1,5 ml der Na - AAS-Standardlösungen zugegeben.
=> 40 µg/l Cd, 60 µg/l Co, 80 µg/l Cr und Ni, 400 µg/l Cu und Pb, 1000 µg/l Zn, 0,4 mg/l Mn, 0,5 mg/l K, 4 mg/l Fe, 10 mg/l Al und Mg, 20 mg/l Ca und P, 30 mg/l Na.

Standardlösung DAN 5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,5 ml der Mn-, sowie 1,5 ml der Fe - ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen je 0,25 ml der Al- und Mg-, je 0,5 ml der K-, Na- und S-, 0,75 ml der P-, sowie 2 ml der Ca- AAS-Standardlösungen .
=> 2 mg/l Mn, 5 mg/l Al und Mg, 6 mg/l Fe, 10 mg/l K, Na und S, 15 mg/l P, 40 mg/l Ca.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP15.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S19.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Pb
DAN 1	0,0 µg/l Pb
DAN 2	200,0 µg/l Pb
DAN 3	0,0 µg/l Pb
DAN 4	400,0 µg/l Pb
DAN 5	0,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K26	40,0 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	DAN2.2
Element:	Pb
Wellenlänge:	220.353
Plasmabeobachtung:	axial
Messbereich [µg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank DAN 2 DAN 4
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

Pb

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP15.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S19.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K26; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 4 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	NHARZ: erlaubte Abweichung 10 %

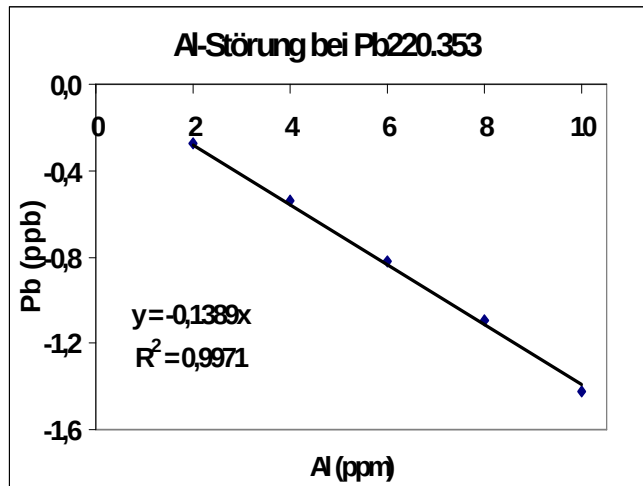
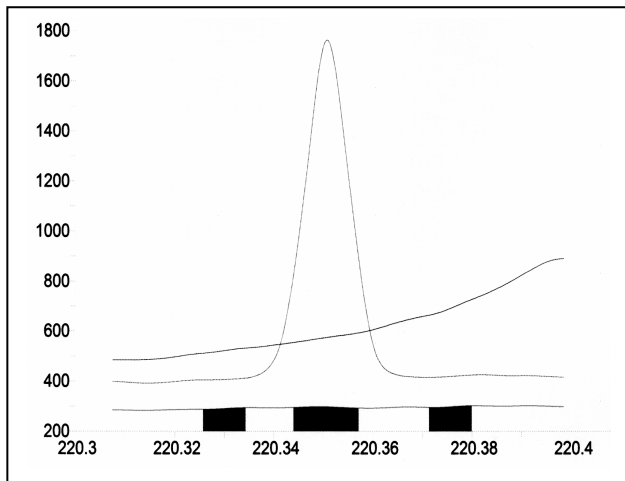
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörung und ihre Korrektur:

Al (30 ppm) Störung bei Pb220.353 (50 ppb)

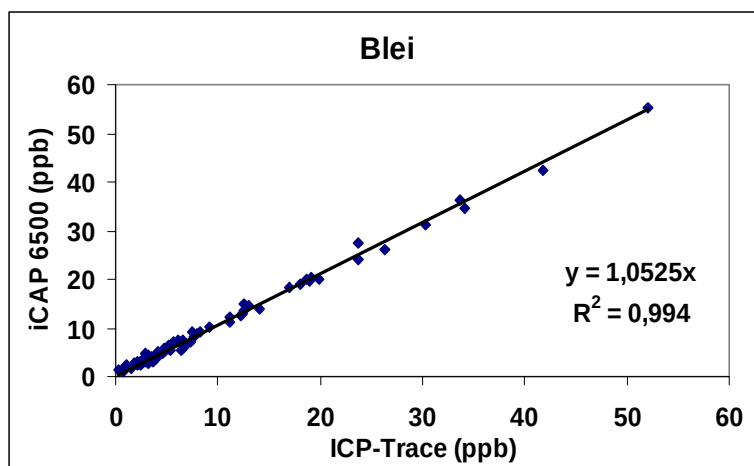
IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,1389)



Die Interelementkorrekturfaktoren müssen in regelmässigen Abständen angepasst werden.

Gerätevergleich Trace-Analyzer / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode PbPbgesICP2.3 und der hier beschriebenen Methode an der Pflanzenaufschluss-Serie 2006P001 (80 Proben).



Anhang Nr.

2

für

Pb

Pbges

ICP(sim)

PbPbgesICP15.1

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP16.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.02.2007

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,88	2,91	3000

geeignet für:

Boden	DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.6.6
HFA-Code	D;4;2;2;-1;1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Pb

Störungen:

Die Elemente Aluminium und Eisen stören durch Linienüberlagerung. Diese Störungen werden durch rechnerische Interlementkorrektur auf der Basis ermittelter Korrekturfaktoren behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP6500 Sammelanhang S20.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP16.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
Dilutor der Fa. Hamilton, Microlab plus 1000

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Pb
Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K,
Mg, Mn, Na, Ni, Ti, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S:
AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Pb

Standardlösungen:

Standardlösung GA1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der Cd-, sowie je 0,25 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Zn-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- Mn- und Na-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,1 ml der P- und S, 0,25 ml der K- sowie 1 ml der Ca-AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 2 mg/l Al, Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP16.1	3

Standardlösung GA2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,25 ml der Cd-, sowie jeweils 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,2 ml der Zn-, 0,25 ml der K-, je 0,5 ml der Mg- und Pb-, 1 ml der Ba-, sowie je 5 ml der Al- und Fe-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Mn-, Na- und P-, sowie 2 ml der Ca-AAS-Standardlösung zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 40 mg/l Ca.

Standardlösung GA3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,375 ml der Cd- und 0,75 ml der Cu-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,25 ml der Ca-, 0,3 ml der Zn- und 2 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, je 2 ml der Al-, K- und Mg-, sowie 5 ml der Fe-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cu, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, Na, P und S, 40 mg/l Al und K, 100 mg/l Fe.

Standardlösung GA4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der As-, je 0,25 ml der Na- und Mn- sowie 0,5 ml der Ti-ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,05 ml der P-, 0,25 ml der S-, je 1 ml der K- und Mg-, 2 ml der Fe- sowie je 5 ml der Al- und Ca-AAS-Standardlösungen. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l As, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 40 mg/l Fe, 100 mg/l Al und Ca.

Standardlösung GA5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 0,75 ml der Co- und Ni- sowie 1 ml der Cr-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,4 ml der Zn- und 4 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Ca-, Mn-, Na- und P sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, K- Mg- und S-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 300 µg/l Co und Ni, 400 µg/l Cr, 1600 µg/l Zn, 5 mg/l Ca, Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, Mg, K und S, 16 mg/l Ti.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP16.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S20.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Pb
GA1	0,0 µg/l Pb
GA2	2000,0 µg/l Pb
GA3	0,0 µg/l Pb
GA4	0,0 µg/l Pb
GA5	0,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	500,0 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Pb 220.353 axial BG – OMG Blank GA2
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrundkorrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 1

Pb

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP16.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S20.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet. Königswasserauflösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

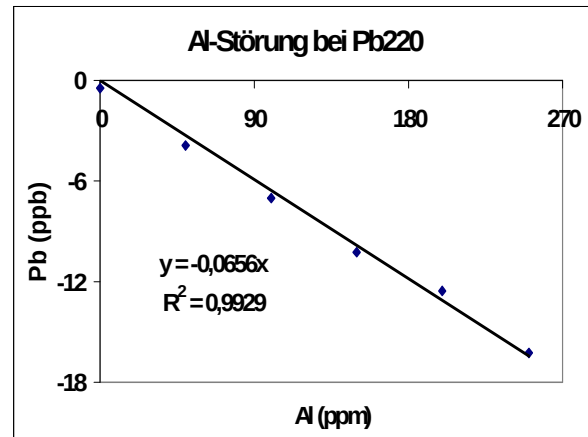
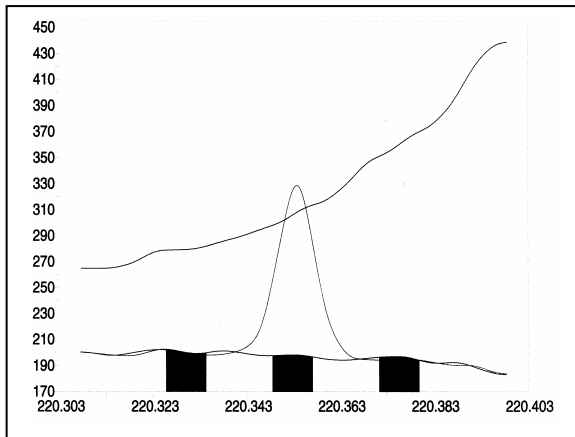
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

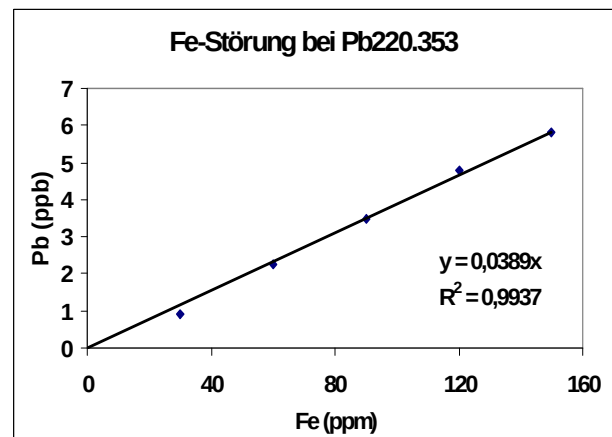
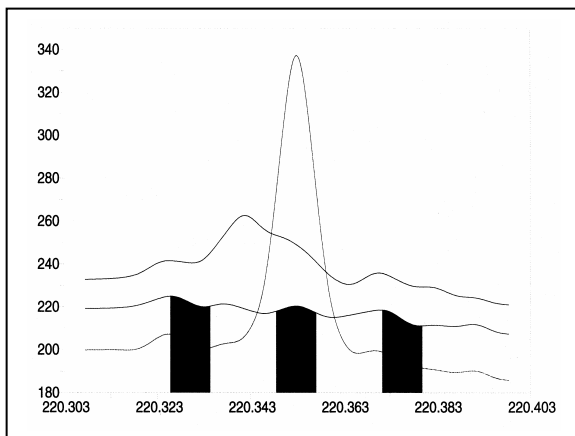
Al (100 ppm) Störung bei Pb220.353 (50 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,0656)



Fe (150 ppm) Störung bei Pb220.353 (50 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,0389)

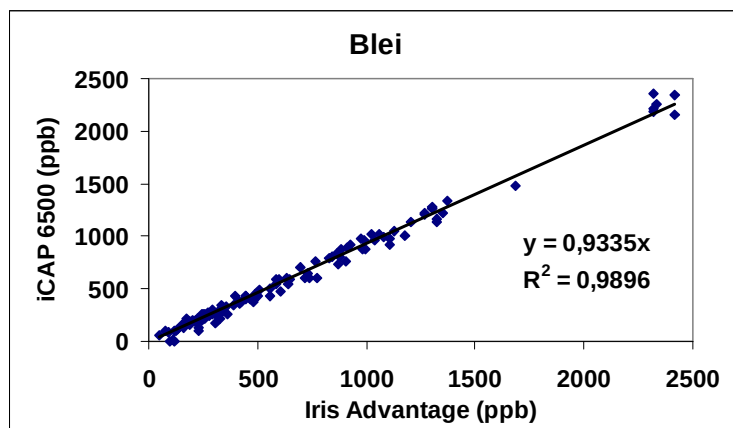


Pb

Die Interelementkorrekturfaktoren müssen in regelmässigen Abständen angepasst werden.

Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode PbPbgesICP8.1 und der hier beschriebenen Methode an der Königswasseraufschluss-Serie 2007H007.



Anhang Nr.

2

für

Pb

Pbges

ICP(sim)

PbPbgesICP16.1

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP17.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2006

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
EXTEDTA1.1	12,2	37,4	15 000

geeignet für:

Boden	EXTEDTA1.1
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.5.3
HFA-Code	D;4;1;2;-1;1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Pb

Störungen:

Das Element Aluminium stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S21.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP17.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Scientific, mit radialer Plasmafackel
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Injektorrohr 2 mm, für stark salzhaltige Lösungen
 Argonbefeuchter der Fa. Thermo Scientific
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva

Chemikalien:

Na-EDTA (Titrplex III) ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)

Lösungen:

0,1 m EDTA-Lösung: In einen 1 l-Kolben wird eine Ampulle Titrplex III gegeben und mit H_2O bidemin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Pb
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Ti, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Fe: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung EDTA 1: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Cd-, je 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-, 1,25 ml der Zn- und 2,5 ml der Pb-ICP-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 0,1 m EDTA-Lösung auf 250 ml aufgefüllt.
 => 1000 $\mu g/l$ Cd, 2000 $\mu g/l$ Co, Cr, Cu und Ni, 5000 $\mu g/l$ Zn, 10 000 $\mu g/l$ Pb.

Standardlösung EDTA 2: In einen 250 ml-Glaskolben werden 2,5 ml der Ti-ICP-Standardlösung gegeben. Dazu kommen je 2,5 ml der Al- und Fe-AAS-Standardlösungen.
 => 10 mg/l Ti, 50 mg/l Al und Fe.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP17.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S21.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Pb
EDTA 1	10000,0 µg/l Pb
EDTA 2	0,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K23	1000,0 µg/l Pb

<u>Methode:</u>	EXTEDTA1.1
Element:	Pb
Wellenlänge:	220.353
Messbereich [µg/l]:	BG – OG
<u>Standards:</u>	Blank EDTA 1
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pixelhöhe: 1 Pos. links: 4 Pixelanzahl:2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl:1

Pb

Der Blank wird in 0,1 m EDTA-Lösung angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP17.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S21.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

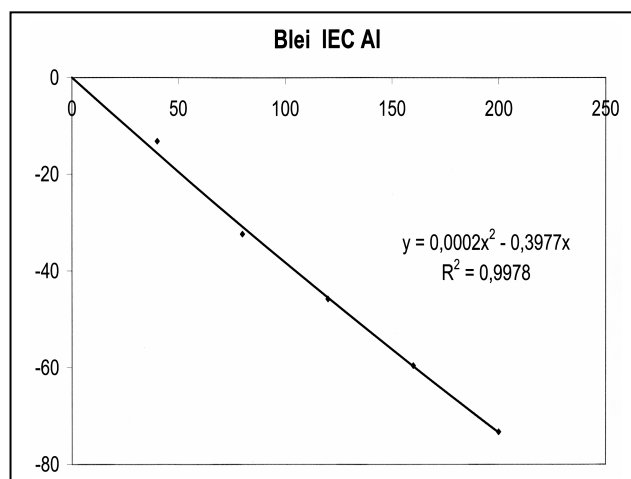
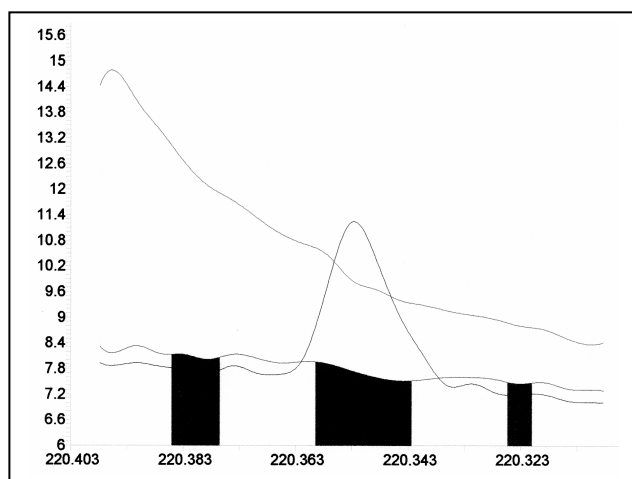
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K23; Messung nach der Eichung, alle 14 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %.
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standard Solling 0-10, erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörung und ihre Korrektur:

Al (100 ppm) Störung bei Pb220.353 (200 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor $k_1 = 0,3977$
Faktor $k_2 = 0,0002$)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP7.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 15.02.2003

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,04	0,11	25

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.4.1 / D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;9

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

S

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP7.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc) Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
 S: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l S
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung HE10: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml Mg-Stammlösung, je 0,5 ml Fe- und Mn-Stammlösung, je 1 ml K-, Na- und P- Stammlösung, sowie 0,15 ml der 1 g/l enthaltenden S- Stammlösung gegeben. Der Kolben wird 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 10 mg/l Fe, Mg und Mn, 20 mg/l K, Na und P, 0,6 mg/l S.

Standardlösung HE20: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 1 ml Al-, Ca, Mg- und S- der 5 g/l enthaltenden Stammlösungen gegeben. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al Ca, Mg und S.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP7.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
HE10	0,6 mg/l S
HE20	20,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 180.731 BG – 0,6 Blank HE10	S 180.731 0,6 – OMG HE10 HE20
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

Wegen einer Gerätestörung war die Kalibrationskurve für Schwefel im unteren Konzentrationsbereich nicht linear. Aus diesem Grund musste von 0 ppm bis 0,6 ppm mit nichtlinearer Kalibration und von 0,6 ppm bis 25 ppm mit linearer Kalibration gemessen werden.

S

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP7.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Anhang 1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 225 µl HNO₃ konz. pro 7,5 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 4 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats: 4		Light Source: ICAP	
Delay time: 0 seconds			
Sample flush time: 75 seconds			
		☒ Auto-Increment Sample Names	
		☐ Use Sample Weight Corrections	
		☐ Use Manual Plasma Conditions	
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range: 20		Concentration	
High WL Range: 10			

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1150 W
Nebulizer Flow:	30.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties		
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample	1	
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location	6	
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only		
Add Action			☒ Continue on 2nd QC failure		
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence		
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec	
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure	sec
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC		
Add Action					
End Actions			Autosampler		
	Operation	Failure Action	Standard rinse time	1	sec
1	K1	None	☒ Sipper step ahead		
Add Action			Step ahead-time	25	sec
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?					

Internal Standard

Internal Standard Timing Group			Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines		
Sc 255.237 {132}	S 180.731 {184}	>>	Sc 255.237 {132}
		<<	
Select Internal Stdts...			
Gate 1 (sec):	0		
Gate 2 (sec):	0		
☒ Use as Internal Std Only			

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
S 180.731 {185}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	18	2
Sc 255.237 {132}	15	3	10	3	☒	5	2	☒	17	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards																			
	Blank*		HE10*		HE20*		S 0,1		S 0,2		S 0,3		S 0,4		S 0,5		S 0,8		S 1,0	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
S 180.731 {185}	☒	0	☒	0,6	☒	10	☒	0,1	☒	0,2	☒	0,3	☒	0,4	☒	0,5	☒	0,8	☒	1,0
Sc 363.075 {92}	☒		☒		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards														Calibration Details		
	S 1,2		S 1,6		S 1,8		S 2		S 4		S 6		S 8		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvatur
S 180.731 {185}	☒	1,2	☒	1,6	☒	1,8	☒	2	☒	4	☒	6	☒	8	0,000047	0,007212	0,004450
Sc 255.237 {132}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		---	---	---

Anhang Nr.

1

für

S

Sges

ICP(sim)

SSgesICP7.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP7.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.09.2003

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,03	0,09	25

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.4.1 / D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;9

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Das Element Ca stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Inter-elementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors erhoben.

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

S

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für
Anhang 2: Methodenvergleich	Praktiker; Weinheim, 2002
Anhang 3: Geräteparameter	Montaser, Golightly: Inductively Coupled
Kurzanleitung ICP3.1	Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry;
Kurzanleitung ICP-DV2.1	Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP7.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc) Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung HE10: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Mn-, je 0,5 ml der Fe- und Mg-, sowie je 1 ml der K-, Na-, P- und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l K, Na, P und S.

Standardlösung HE20: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 1 ml der Al-, Ca-, Mg- und Mn-Stammlösungen gegeben. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al, Ca, Mg und Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP7.2	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
HE10	20,0 mg/l S
HE20	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 180.731 BG – OMG Blank HE10
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:2

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Durchführung:

S

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Anhang 3 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenezuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 225 µl HNO₃ konz. pro 7,5 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP7.2	4

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

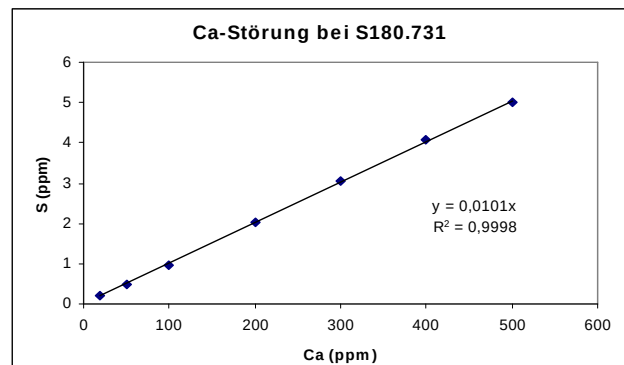
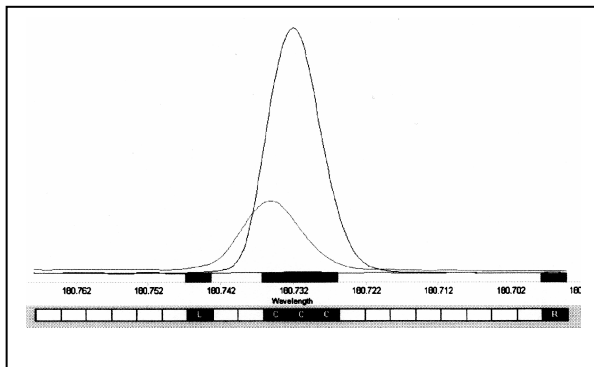
Tabelle 1:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der S180.731-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrund- Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Ca	1	2	0,0101*	-			

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

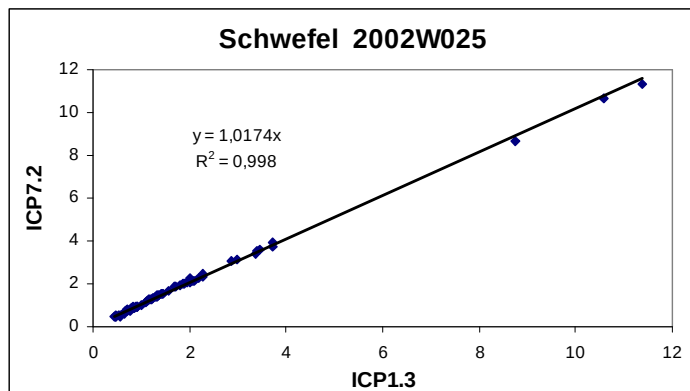
Abb.1: Ca (100 ppm) Störung bei S1807 (5 ppm) Abb.2: IEC-Faktorenermittlung



Methodenvergleich:

Im folgenden sind Vergleichsmessungen zwischen der ICP-Methode SSgesICP1.3 und der hier beschriebenen Methode dargestellt.

- 2.) Zusammenfassung der Vergleichsmessungen von ca. 70 Proben einer Wasser-Serie:
Die Grafik zeigt den Vergleich zwischen der ICP1.3-Messung mit der ICP7.2-Messung.
Die Vergleichbarkeit der beiden Messungen ist gut. Die Abweichung liegt bei maximal 2 %.



Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats:	4	Light Source:	ICAP
Delay time:	0 seconds		
Sample flush time:	90 seconds		
		☒ Auto-Increment Sample Names	
		☐ Use Sample Weight Corrections	
		☐ Use Manual Plasma Conditions	
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range:	20	Concentration	
High WL Range:	10		

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1150 W
Nebulizer Flow:	31.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties	
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample	1
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location	5
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only	
Add Action			☒ Continue on 2nd QC failure	
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC	sec
Add Action				
End Actions			Autosampler	
	Operation	Failure Action	Standard rinse time	1 sec
1	K1	None	☒ Sipper step ahead	
Add Action			Step ahead-time	25 sec
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?				

Internal Standard

Internal Standard Timing Group		Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines	
Sc 255.237 {132}	S 180.731 {185}	Sc 255.237 {132}
Select Internal Stds...	>>	
Gate 1 (sec): 0	<<	
Gate 2 (sec): 0		
☒ Use as Internal Std Only		

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
S 180.731 {185}	21	3	9	4	☒	5	2	☒	18	2
Sc 255.237 {132}	15	3	6	3	☒	1	2	☒	14	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		HE10*		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
S 180.731 {185}	☒	0	☒	20	0,000334	0,008165	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Anhang Nr.

3

für

S

Sges

ICP(sim)

SSgesICP7.2

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP8.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 10.03.2003

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,04	0,11	25

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;2

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

S

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP8.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
 S: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l S
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,5 ml der Fe-, Mg- und Mn-, je 1 ml der Na- und P- Stammlösungen, sowie 0,15 ml der 1 g/l S- Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 10 mg/l Fe, Mg und Mn, 20 mg/l Na und P, 0,6 mg/l S.

Standardlösung A2: In einen 250 ml-Glaskolben werden je 1 ml der Al-, K-, Mn- und S-, sowie 0,5 ml der Ca-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al, K, Mn und S, 10 mg/l Ca.

Standardlösung A3: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP8.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
A1	0,6 mg/l S
A2	20,0 mg/l S
A3	0,0 mg/l S
A4	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 180.731 BG – 0,6 Blank A1	S 180.731 0,6 – OMG A1 A2
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:2	<u>Untergrund-Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl:2

S

Wegen einer Gerätestörung war die Kalibrationskurve für Schwefel im unteren Konzentrationsbereich nicht linear. Aus diesem Grund musste von 0 ppm bis 0,6 ppm mit nichtlinearer Kalibration und von 0,6 ppm bis 25 ppm mit linearer Kalibration gemessen werden.

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP8.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschlusslösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 4 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats:	4	Light Source:	ICAP
Delay time:	0 seconds		
Sample flush time:	75 seconds		
		☒	Auto-Increment Sample Names
		☐	Use Sample Weight Corrections
		☐	Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range:	20	Concentration	
High WL Range:	10		

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1150 W
Nebulizer Flow:	30.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties	
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample 1	
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location 6	
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only	
Add Action			☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			☐ Sound alarm on 1st QC failure sec	
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec	
	Operation	Freq	Failure Action	
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC	
Add Action				
End Actions			Autosampler	
	Operation	Failure Action	Standard rinse time 1 sec	
1	K1	None	☒ Sipper step ahead	
Add Action			Step ahead time 25 sec	
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?				

Internal Standard

Internal Standard Timing Group			Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines		
Sc 255.237 {132}	S 180.731 {184}		Sc 255.237 {132}
Select Internal Stds...		>>	
		<<	
Gate 1 (sec): 0			
Gate 2 (sec): 0			
☒ Use as Internal Std Only			

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
S 180.731 {185}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	18	2
Sc 255.237 {132}	15	3	10	3	☒	5	2	☒	17	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards																			
	Blank*		A1*		A2*		S 0,1		S 0,2		S 0,3		S 0,4		S 0,5		S 0,8		S 1,0	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
S 180.731 {185}	☒	0	☒	0,6	☒	10	☒	0,1	☒	0,2	☒	0,3	☒	0,4	☒	0,5	☒	0,8	☒	1,0
Sc 363.075 {92}	☒		☒		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards														Calibration Details		
	S 1,2		S 1,6		S 1,8		S 2		S 4		S 6		S 8		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvatur
S 180.731 {185}	☒	1,2	☒	1,6	☒	1,8	☒	2	☒	4	☒	6	☒	8	0,000047	0,007212	0,004450
Sc 255.237 {132}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		---	---	---

Anhang Nr.

1

für

S

Sges

ICP(sim)

SSgesICP8.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP8.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.09.2003

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,03	0,09	25

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;3;2

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Das Element Ca stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Inter-elementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors erhoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

S

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP8.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Mn, je 0,5 ml der Fe- und Mg-, sowie je 1 ml der Na-, P-, und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l Na, P und S.

Standardlösung A2: In einen 250 ml-Glaskolben werden je 1 ml der Al-, K- und Mn- sowie 0,5 ml der Ca-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al, K und Mn, 10 mg/l Ca.

Standardlösung A3: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP8.2	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
A1	20,0 mg/l S
A2	0,0 mg/l S
A3	0,0 mg/l S
A4	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 180.731 BG – OMG Blank A1
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

S

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP8.2	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschluss-Lösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert.

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur

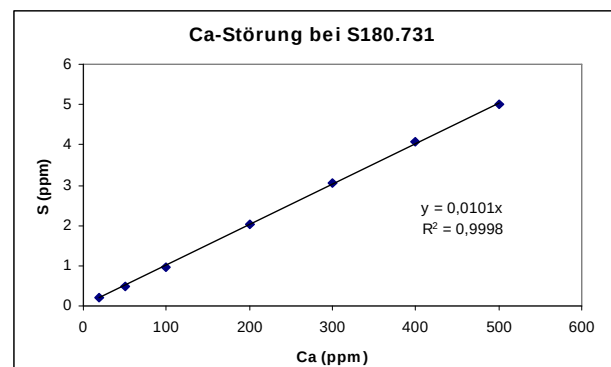
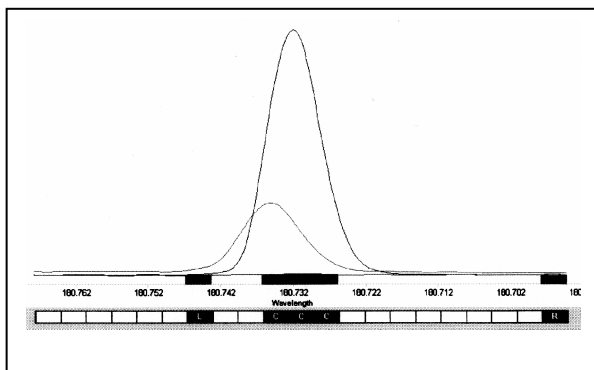
Tabelle 1:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der S180.731-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrund- Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Ca	1	2	0,0101*	-			

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb.1: Ca (100 ppm) Störung bei S1807 (5 ppm) Abb.2: IEC-Faktorermittlung



Geräteparameter

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats:	4	Light Source:	ICAP
Delay time:	0 seconds		
Sample flush time:	90 seconds		
		☒	Auto-Increment Sample Names
		☐	Use Sample Weight Corrections
		☐	Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range:	20	Concentration	
High WL Range:	10		

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1150 W
Nebulizer Flow:	31.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties	
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample	1
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location	5
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only	
Add Action			☒ Continue on 2nd QC failure	
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC	sec
Add Action				
End Actions			Autosampler	
	Operation	Failure Action	Standard rinse time	1 sec
1	K1	None	☒ Sipper step ahead	
Add Action			Step ahead time	25 sec
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?				

Internal Standard

Internal Standard Timing Group		Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines	
Sc 255.237 {132}	S 180.731 {185}	Sc 255.237 {132}
Select Internal Stds...		
Gate 1 (sec):	0	>>
Gate 2 (sec):	0	<<
☒ Use as Internal Std Only		

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
S 180.731 {185}	21	3	9	4	☒	5	2	☒	18	2
Sc 255.237 {132}	15	3	6	3	☒	1	2	☒	14	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		A1		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
S 180.731 {185}	☒	0	☒	20	0,000334	0,008165	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP9.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.09.2003

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2	0,03	0,09	25

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;3;2

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Das Element Ca stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Inter-elementkorrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren erhoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

S

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Geräteparameter Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP9.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
 Fe, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der Fe-, Mg- und Mn-, sowie je 1 ml der Na-, P-, und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 10 mg/l Fe, Mg und Mn, 20 mg/l Na, P und S.

S

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
A1	20,0 mg/l S

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	S	ICP(sim)	SSgesICP9.1	3

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DANPS
Linie:	S
Wellenlänge:	180.731
Messbereich [mg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank
	A1
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Anhang 2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

S

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

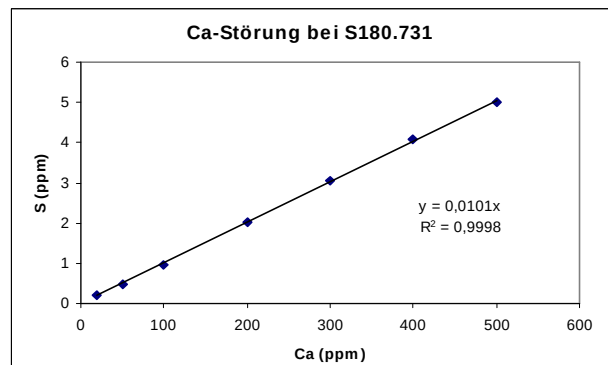
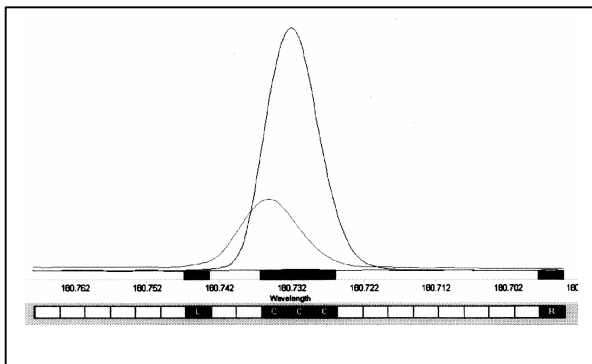
Tabelle 1:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der S180.731-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrund- Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Ca	1	2	0,0101*	-			

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb.1: Ca (100 ppm) Störung bei S1807 (5 ppm) Abb.2: IEC-Faktorermittlung



Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats:4		Light Source:ICAP	
Delay time:0seconds			
Sample flush time:90seconds			
		☒ Auto-Increment Sample Names	
		☐ Use Sample Weight Corrections	
		☐ Use Manual Plasma Conditions	
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range:30		Concentration	
High WL Range:1			

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	1001.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	1001.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1350W
Nebulizer Flow:	30.0PSI
Auxiliary Gas:	0.5lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties		
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample	1	
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location	8	
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only		
Add Action			☒ Continue on 2nd QC failure		
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence		
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec	
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure	sec
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC		
Add Action					
End Actions			Autosampler		
	Operation	Failure Action	Standard rinse time	1	sec
1	K1	None	☒ Sipper step ahead		
Add Action			Step ahead time	30	sec
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?					

Internal Standard

Internal Standard Timing Group			Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines		
Sc 255.237 {132}	S 180.731 {185}		Sc 255.237 {132}
Select Internal Stds...		>>	
Gate 1 (sec): 0		<<	
Gate 2 (sec): 0			
☒ Use as Internal Std Only			

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
S 180.731 {185}	21	3	9	4	☒	5	2	☒	18	2
Sc 255.237 {132}	15	3	6	3	☒	1	2	☒	14	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		A1*		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
S 180.731 {185}	☒	0	☒	20	0,000334	0,008165	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	20	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Anhang Nr.

2

für

S

Sges

ICP(sim)

SSgesICP9.1

S

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.2004

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,03	0,09	25

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.4.1 / D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenvergleich Anhang 2: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung HE10: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Mn-, je 0,5 ml der Fe- und Mg-, sowie je 1 ml der K-, Na-, P- und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l K, Na, P und S.

Standardlösung HE20: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 1 ml der Al-, Ca-, Mg- und Mn-Stammlösungen gegeben. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al, Ca, Mg und Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
HE10	20,0 mg/l S
HE20	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 BG – OMG Blank HE10
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Anhang 2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 225 µl HNO₃ konz. pro 7,5 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

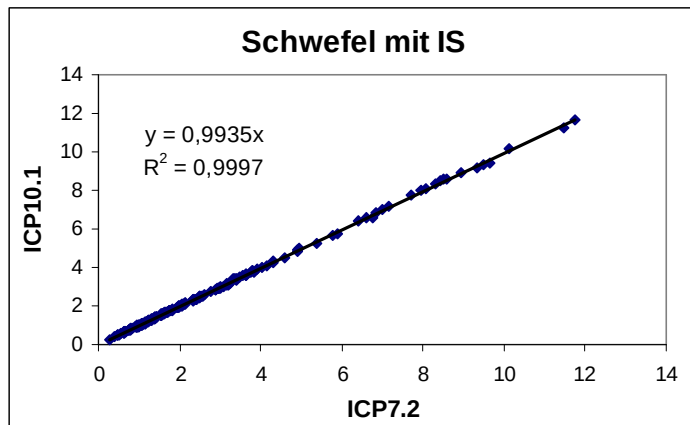
Methodenvergleich:

Im folgenden sind Vergleichsmessungen zwischen der ICP-Methode SSgesICP7.2 und der hier beschriebenen Methode dargestellt.

3.) Zusammenfassung der Vergleichsmessungen von ca. 200 Proben einer Wasser-Serie:

Die Grafik zeigt den Vergleich zwischen der ICP7.2-Messung mit der ICP10.1-Messung.

Die Vergleichbarkeit der beiden Messungen ist gut. Die Abweichung liegt bei maximal 1 %.



Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats: 4		Light Source: ICAP	
Delay time: 0 seconds			
Sample flush time: 90 seconds			
		☒ Auto-Increment Sample Names	
		☐ Use Sample Weight Corrections	
		☐ Use Manual Plasma Conditions	
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range: 20		Concentration	
High WL Range: 10			

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	1001.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	1001.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1150W
Nebulizer Flow:	31.0PSI
Auxiliary Gas:	0.5lpm

Sequence Automation

Initial Actions				Global QC Properties	
	Operation	Failure Action		Number of failed lines to fail a QC sample	1
1	Standardize	None		Maximum QC visits per tube location	5
2	K1	None		☒ Restandardize QC failed lines only	
Add Action				☒ Continue on 2nd QC failure	
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure				Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
Continuing Actions				☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure	sec
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC		
Add Action					
End Actions				Autosampler	
	Operation	Failure Action		Standard rinse time	1 sec
1	K1	None		☒ Sipper step ahead	
Add Action				Step ahead-time	25 sec
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?					

Internal Standard

Internal Standard Timing Group		Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines	
Sc 255.237 {132}	S 182.034 {184}	Sc 255.237 {132}
Select Internal Stds...		
Gate 1 (sec): 0		
Gate 2 (sec): 0		
☒ Use as Internal Std Only		

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
S 182.034 {184}	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	6	4	☒	1	2	☒	13	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		HE10*		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
S 182.034 {184}	☒	0	☒	20	0,000194	0,006126	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.03.2006

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,0018	0,055	25

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.4.1 / D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S13.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l S
S: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l S
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung HE1: In einen 500 ml-Flaskolben werden je 0,5 ml der K- und Na, sowie je 0,25 ml der Al, Ca, Fe, Mg und Mn - ICP-Stammlösungen gegeben. Dazu kommen je 0,1 ml der P- und S- AAS-Stammlösungen. Der Kolben wird mit 15 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 500 ml aufgefüllt.
=> 0,5 mg/l Al, Ca, Fe, Mg und Mn, 1 mg/l K, Na, P und S.

Standardlösung HE10: In einen 500 ml-Flaskolben werden 0,5 ml der Mn-, je 1 ml der Fe- und Mg-, sowie je 2 ml der K-, Na-, P- und S - AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 15 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 500 ml aufgefüllt.
=> 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l K, Na, P und S.

Standardlösung HE20: In einen 500 ml-Flaskolben werden jeweils 2 ml der Al-, Ca-, Mg- und Mn- AAS-Stammlösungen gegeben. Es werden 15 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 500 ml aufgefüllt.
=> 20 mg/l Al, Ca, Mg und Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.2	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
HE1	1,0 mg/l S
HE10	20,0 mg/l S
HE20	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze	ANULL EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 BG – 1 Blank HE1	S 182.034 1 – OMG Blank HE10
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.2	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S13.2 zusammengestellt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 225 µl HNO₃ konz. pro 7,5 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.3	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.03.2008

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, ANULLIC, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, KOMPAL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,0018	0,055	25

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL, ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.4.1 / D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S13.3: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.3	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l S
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

- Standardlösung HE 0.5: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,1 ml der Al-, Mg-, Mn-, Na- und S-, 1 ml der K-, 2 ml der Fe-, sowie je 4 ml der Ca- und P-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 30 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 0,5 mg/l Al, Mg, Mn, Na und S, 5 mg/l K, 10 mg/l Fe, 20 mg/l Ca und P.
- Standardlösung HE 2.5: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K-, Mn- und S-, je 2 ml der Mg- und P-, sowie 4 ml der Na-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 30 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 2,5 mg/l Al, Ca, Fe, K, Mn und S, 10 mg/l Mg und P, 20 mg/l Na.
- Standardlösung HE 5: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,1 ml der Ca-, Fe- und K-, je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, sowie jeweils 4 ml der Al- und Mg-Stammlösungen gegeben. Es werden 30 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 0,5 mg/l Ca, Fe und K, 5 mg/l Mn, Na, P und S, 20 mg/l Al und Mg.
- Standardlösung HE 10: In einen 1000 ml-Glaskolben werden 0,1 ml der P-, 0,5 ml der Mg-, je 1 ml der Al- und Fe-, je 2 ml der Ca-, K-, Mn- und Na-, sowie 4 ml der S-Stammlösungen gegeben. Es werden 30 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
 => 0,5 mg/l P, 2,5 mg/l Mg, 5 mg/l Al und Fe, 10 mg/l Ca, K, Mn und Na, 20 mg/l S

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.3	3

Standardlösung HE 20: In einen 1000 ml-Glaskolben werden je 0,5 ml der Na- und P-, je 1 ml der Ca- und Mg-, 1,5 ml der Fe-, je 2 ml der Al- und S-, sowie jeweils 4 ml der K- und Mn-Stammlösungen gegeben. Es werden 30 ml HNO₃ 65 % p.a. zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 1000 ml aufgefüllt.
=> 2,5 mg/l Na und P, 5 mg/l Ca und Mg, 7,5 mg/l Fe, 10 mg/l Al und S, 20 mg/l K und Mn.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S13.3), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
HE 0.5	0,5 mg/l S
HE 2.5	2,5 mg/l S
HE 5	5,0 mg/l S
HE 10	20,0 mg/l S
HE 20	10,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	ANULL ANULLIC EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze	ANULL ANULLIC EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1 DAN1.1Pflanze DAN2.2Pflanze
Element: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 BG – 2,5 Blank HE 0.5 HE 2.5	S 182.034 2,5 – OMG HE 2.5 HE 5 HE 10 HE 20
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1	<u>Untergrund-Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

S

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP10.3	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S13.3 zusammengestellt.

Wässrige Proben werden vor dem Messen mit 180 µl HNO₃ konz. pro 6 ml Probe versetzt.

Achtung: Wegen der Säurezugabe bei wässrigen Proben beträgt der Verdünnungsfaktor 1,03.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 20 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %.
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen/Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.2004

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,03	0,09	25

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

S

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien des Elementes Mn werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
Scandium (Sc)-Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Mn, je 0,5 ml der Fe- und Mg-, sowie je 1 ml der Na-, P-, und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 5 mg/l Mn, 10 mg/l Fe und Mg, 20 mg/l Na, P und S.

Standardlösung A2: In einen 250 ml-Glaskolben werden je 1 ml der Al-, K- und Mn- sowie 0,5 ml der Ca-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 mg/l Al, K und Mn, 10 mg/l Ca.

Standardlösung A3: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
A1	20,0 mg/l S
A2	0,0 mg/l S
A3	0,0 mg/l S
A4	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 BG – OMG Blank A1
<u>Bemerkungen:</u>	Untergrund- Korrektur: Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschluss-Lösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

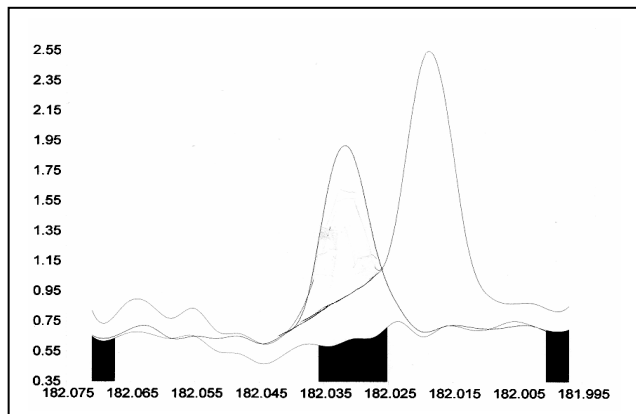
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörung und ihre Korrektur:

Mn (100 ppm) Störung bei S182.034 (0,2 ppm)



Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 90 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 20	Concentration
High WL Range: 10	

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm): 100	1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 100	1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 0	
Pump Tubing Type: Tygon-Orange	
RF Power: 1350	W
Nebulizer Flow: 31.0	PSI
Auxiliary Gas: 0.5	lpm

Internal Standard

Internal Standard Timing Group		Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines	
Sc 255.237 {132}	S 182.034 {184}	Sc 255.237 {132}
Select Internal Stds...		
Gate 1 (sec): 0		
Gate 2 (sec): 0		
☒ Use as Internal Std Only		

Sequence Automation

Initial Actions		Global QC Properties	
	Operation	Failure Action	
1	Standardize	None	Number of failed lines to fail a QC sample 1
2	K1	None	Maximum QC visits per tube location 6
		☒ Restandardize QC failed lines only	
		☒ Continue on 2nd QC failure	
		Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure		☐ Sound alarm on 1st QC failure sec	
		☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec	
Continuing Actions		Autosampler	
	Operation	Freq	Failure Action
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC
		☒ Sipper step ahead	
		Step ahead-time 25 sec	
		At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?	

S

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element,						Left Background		Right Background		
Wavelength and	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
Order	Width	Height	Location	Width						
S 182.034 {184}	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	6	4	☒	1	2	☒	13	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		A1*		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
S 182.034 {185}	☒	0	☒	20	0,000194	0,006126	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.05.2005

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,03	0,09	25

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien des Elements Mn werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S14.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf
 Dilutor der Fa. Hamilton Microlab plus 1000

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l P

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l
 Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Ti, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1SM: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Al- und Mg-, 0,25 ml der Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni- sowie 0,5 ml der Zn-ICP-Stammlösungen, sowie je 1 ml der Na-, P- und S - AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 ppm Na, P und S, 10 ppm Al und Mg, je 1000 ppb Cd, Co, Cr, Cu und Ni, 2000 ppb Zn.

Standardlösung A2SM: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Ca- und Fe-, je 1 ml der Mn- und Ba- und 0,5 ml der Pb - ICP-Stammlösungen, sowie 0,5 ml der 5 g/l K- AAS-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 10 ppm Ca, Fe und K, 4 ppm Mn und Ba, 2000 ppb Pb.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.2	3

Standardlösung A3SM: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg- und 1 ml der Mn - AAS-Stammlösungen, sowie 2,5 ml der 1 g/l Ti- ICP-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg 20 ppm Mn, 10 ppm Ti.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.2), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
A1SM	20,0 mg/l S
A2SM	0,0 mg/l S
A3SM	0,0 mg/l S
A4	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	5,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DAN1.1Boden DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 BG – OMG Blank A1SM
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

S

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP11.2	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschlusslösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

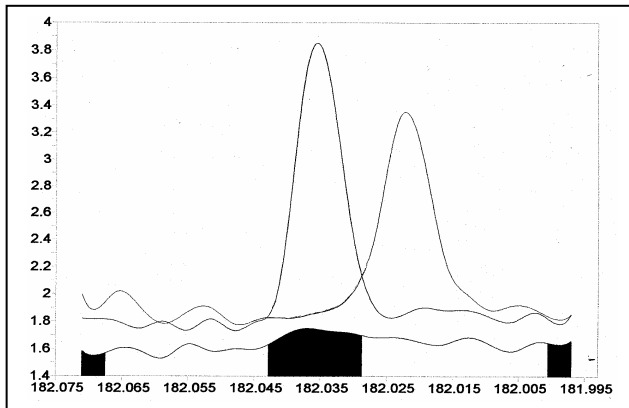
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörung und ihre Korrektur:

Mn (100 ppm) Störung bei S182.034 (0,2 ppm)



Anhang Nr.

1

für

S

Sges

ICP(sim)

SSgesICP11.2

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP12.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.2004

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2	0,02	0,053	25

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien des Elements Mn werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Geräteparameter Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP12.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
Rechner mit Software Teva
Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
Scandium (Sc) Standardlösung 1 g/l für ICP in HNO₃ 2 mol/l

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa B. Kraft) => 5 g/l S
Fe, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1: In einen 250 ml Glaskolben werden je 0,5 ml der Fe-, Mg- und Mn-, sowie je 1 ml der Na-, P-, und S-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 10 mg/l Fe, Mg und Mn, 20 mg/l Na, P und S.

S

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
A1	20,0 mg/l S

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP12.1	3

<u>Kontrollstandard</u>	
K1	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DANPS
Linie:	S
Wellenlänge:	182.034
Messbereich [mg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank A1
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a. in 250 ml).

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Anhang 2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

S

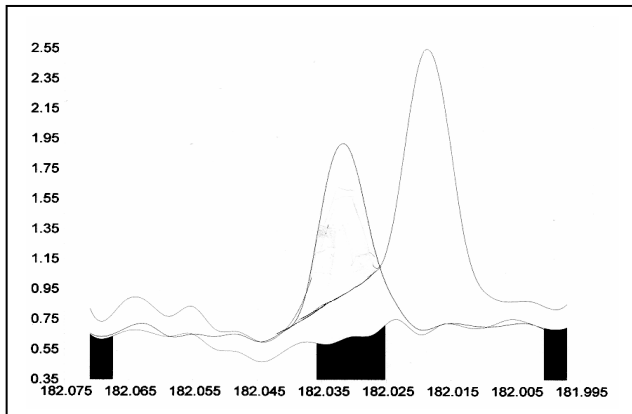
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Mn (100 ppm) Störung bei S182-034 (0,2 ppm)



Geräteparameter:

Analysis Preferences

Sample Options		Source	
Repeats:	4	Light Source:	ICAP
Delay time:	0 seconds		
Sample flush time:	90 seconds		
		☒	Auto-Increment Sample Names
		☐	Use Sample Weight Corrections
		☐	Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)		Calibration Mode	
Low WL Range:	30	Concentration	
High WL Range:	1		

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1350 W
Nebulizer Flow:	30.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties		
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample	1	
1	Standardize	None	Maximum QC visits per tube location	8	
2	K1	None	☒ Restandardize QC failed lines only		
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			☒ Continue on 2nd QC failure		
			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence		
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec	
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure	sec
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC		
Add Action					
End Actions			Autosampler		
	Operation	Failure Action	Standard rinse time	1	sec
1	K1	None	☒ Sipper step ahead		
Add Action			Step ahead-time	30	sec
			☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?		

Internal Standard

Internal Standard Timing Group			Lines that Reference NO Internal Standard
Internal Standard Lines	Referencing Lines		Sc 255.237 {132}
Sc 255.237 {132}	S 182.034 {184}	>>	
		<<	
Select Internal Stds...			
Gate 1 (sec):	0		
Gate 2 (sec):	0		
☒ Use as Internal Std Only			

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	?	Location	Width	?	Location	Width
S 182.034 {184}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	10	3	☒	5	2	☒	17	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards				Calibration Details		
	Blank*		A1*		A0	A1	A2
	?	Conc	?	Conc	Offset	Gain	Curvature
S 182.034 {184}	☒	0	☒	20	0,000640	0,008138	0
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10	---	---	---

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Anhang Nr.

2

für

S

Sges

ICP(sim)

SSgesICP12.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP15.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2006

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, ANULLIC, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1, DAN2.2	0,004	0,013	30

geeignet für:

Boden	EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1
Humus	
Pflanze	DAN1.1, DAN2.2
Wasser	ANULL, ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.4.1 / D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;2;2;-1;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gerätevergleiche ICP-Iris / iCAP6500 Sammelanhang S19.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP15.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l S
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung DAN 1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,05 ml der Cd-, je 0,1 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie 0,25 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,025 ml der Zn-, je 0,25 ml der Fe- und Mn-, sowie 1 ml der Ca - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,05 ml der P-, je 0,25 ml der K- und S-, sowie je 1 ml der Al-, Mg- und Na - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 µg/l Cd, 40 µg/l Co, Cr und Ni, 100 µg/l Cu und Zn, 1 mg/l Fe, Mn und P, 4 mg/l Ca, 5 mg/l K und S, 20 mg/l Al, Mg und Na.

Standardlösung DAN 2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,025 ml der Cd-, je 0,05 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie je 0,5 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,075 ml der Zn-, je 0,1 ml der Al-, Fe- und Mg-, 0,25 ml der Ba-, sowie je 2,5 ml der Ca- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP15.1	3

Weiteren werden je 0,25 ml der Na- und P-, sowie 1,5 ml der K - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 10 µg/l Cd, 20 µg/l Co, Cr und Ni, 200 µg/l Cu und Pb, 300 µg/l Zn, 0,4 mg/l Al, Fe und Mg, 1 mg/l Ba, 5 mg/l Na und P, 10 mg/l Ca und Mn, 30 mg/l K.

Standardlösung DAN 3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,075 ml der Cd-, 0,15 ml der Cr- und Ni-, 0,2 ml der Co- und 0,75 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Ca-, 0,15 ml der Zn-, je 0,25 ml der Na- und Ti-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,5 ml der P-, je 1 ml der K- und S-, sowie 1,5 ml der Mg - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 30 µg/l Cd, 60 µg/l Cr und Ni, 80 µg/l Co, 300 µg/l Cu, 600 µg/l Zn, 0,4 mg/l Ca, 1 mg/l Na und Ti, 2 mg/l Al, Fe und Mn, 10 mg/l P, 20 mg/l K und S, 30 mg/l Mg.

Standardlösung DAN 4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,1 ml der Cd-, 0,15 ml der Co-, je 0,2 ml der Cr- und Ni-, sowie je 1 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Mn- 0,125 ml der K-, 0,25 ml der Zn-, sowie 1 ml der Fe - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Al- und Mg-, je 1 ml der Ca- und P-, sowie 1,5 ml der Na - AAS-Standardlösungen zugegeben.
=> 40 µg/l Cd, 60 µg/l Co, 80 µg/l Cr und Ni, 400 µg/l Cu und Pb, 1000 µg/l Zn, 0,4 mg/l Mn, 0,5 mg/l K, 4 mg/l Fe, 10 mg/l Al und Mg, 20 mg/l Ca und P, 30 mg/l Na.

Standardlösung DAN 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml der Mn-, sowie 1,5 ml der Fe- ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen je 0,25 ml der Al- und Mg-, je 0,5 ml der K-, Na- und S-, 0,75 ml der P- sowie 2 ml der Ca- AAS-Standardlösungen zugegeben.
=> 2 mg/l Mn, 5 mg/l Al und Mg, 6 mg/l Fe, 10 mg/l K, Na und S, 15 mg/l P, 40 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP15.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S19.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
DAN 1	5,0 mg/l S
DAN 2	0,0 mg/l S
DAN 3	20,0 mg/l S
DAN 4	0,0 mg/l S
DAN 5	10,0 mg/l S

<u>Kontrollstandards</u>	
K1	10,0 mg/l S
K26	5,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	ANULL ANULLIC DAN1.1 DAN2.2 EXT1:2H2O1.1 GBL1.1 UFBL1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 axial BG – OMG Blank DAN 1 DAN 3 DAN 5
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

S

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP15.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S19.1 zusammengestellt.

Pflanzenaufschlusslösungen (Untersuchungsmethode DAN2.2) werden direkt aus den säuregespülten Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt) gemessen.

Pflanzenaufschlusslösungen (Untersuchungsmethode DAN1.1) werden in 13 mm Proberöhrchen abgefüllt und gemessen.

Alle anderen wässrigen Lösungen werden nach dem Abfüllen in 13 mm Proberöhrchen mit 0,2 ml HNO₃, 65 %, p.a. versetzt. Als Verdünnungsfaktor muss in diesem Fall 1,03 in die Probengebertabelle eingegeben werden.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

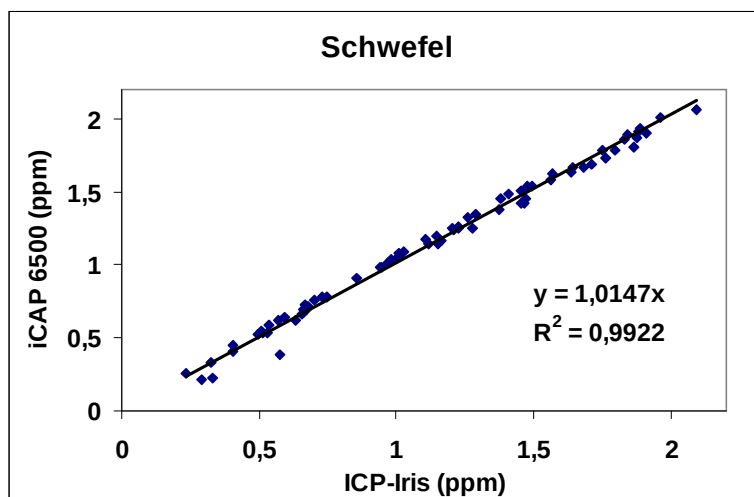
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K1 oder K26; Messung nach der Eichung, alle 20 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Ionen / Leitfähigkeitsbilanz IBW	QIB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Ionen / Leitfähigkeitsbilanz NFV	QIB2.1	Siehe Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	Siehe Methodenbeschreibung
Standardmaterial	QStM1.1	NHARZ: erlaubte Abweichung 10 %, Wasser HE1 erlaubte Abweichung 5 %

Auswertung/Datendokumentation:

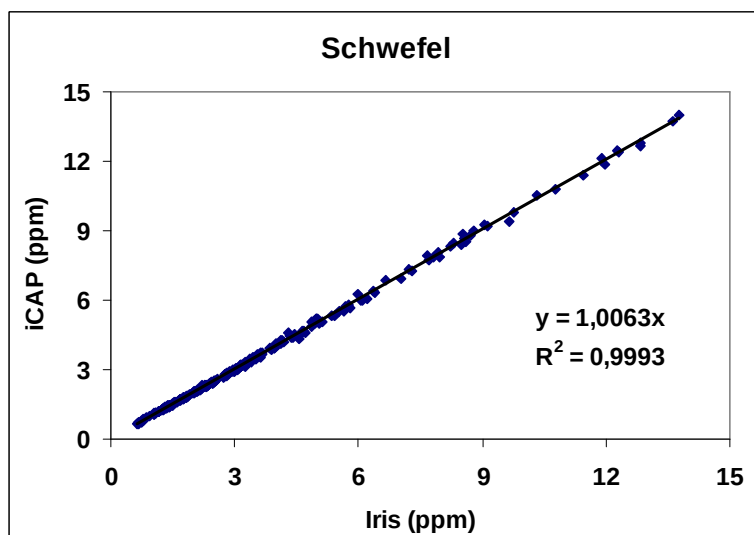
Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Gerätevergleich ICP-Iris / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode SSgesICP10.2 und der hier beschriebenen Methode an der Pflanzenaufschluss-Serie 2006P001 (80 Proben).



Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode SSgesICP10.2 und der hier beschriebenen Methode an der Wasserserie 2008W019 (240 Proben).



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP16.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.02.2007

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,003	0,009	30

geeignet für:

Boden	DANF1.1, OAKW1.1, DAN1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	D;4;2;2;-1;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gerätevergleich Iris Advatage / iCAP6500 Sammelanhang S20.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP16.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße , 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
Dilutor der Fa. Hamilton, Microlab plus 1000

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l S
Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg,
Mn, Na, Ni, Pb, Ti, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P:
AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung GA1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der Cd-, sowie je 0,25 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Zn-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- Mn- und Na-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,1 ml der P- und S, 0,25 ml der K- sowie 1 ml der Ca-AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 2 mg/l Al, Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP16.1	3

Standardlösung GA2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,25 ml der Cd-, sowie jeweils 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,2 ml der Zn-, 0,25 ml der K-, je 0,5 ml der Mg- und Pb-, 1 ml der Ba-, sowie je 5 ml der Al- und Fe-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Mn-, Na- und P-, sowie 2 ml der Ca-AAS-Standardlösung zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 40 mg/l Ca.

Standardlösung GA3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,375 ml der Cd- und 0,75 ml der Cu-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,25 ml der Ca-, 0,3 ml der Zn- und 2 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, je 2 ml der Al-, K- und Mg-, sowie 5 ml der Fe-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cu, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, Na, P und S, 40 mg/l Al und K, 100 mg/l Fe.

Standardlösung GA4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der As-, je 0,25 ml der Na- und Mn- sowie 0,5 ml der Ti-ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,05 ml der P-, 0,25 ml der S-, je 1 ml der K- und Mg-, 2 ml der Fe- sowie je 5 ml der Al- und Ca-AAS-Standardlösungen. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l As, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 40 mg/l Fe, 100 mg/l Al und Ca.

Standardlösung GA5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 0,75 ml der Co- und Ni- sowie 1 ml der Cr-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,4 ml der Zn- und 4 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Ca-, Mn-, Na- und P sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, K- Mg- und S-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 300 µg/l Co und Ni, 400 µg/l Cr, 1600 µg/l Zn, 5 mg/l Ca, Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, Mg, K und S, 16 mg/l Ti.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP16.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S20.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
GA1	2,0 mg/l S
GA2	0,0 mg/l S
GA3	20,0 mg/l S
GA4	5,0 mg/l S
GA5	10,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l S

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN1.1Boden DAN1.1PS DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 182.034 axial BG –OMG Blank GA1 GA3 GA4 GA5
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

S

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP16.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S20.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet. Königswasserauflösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

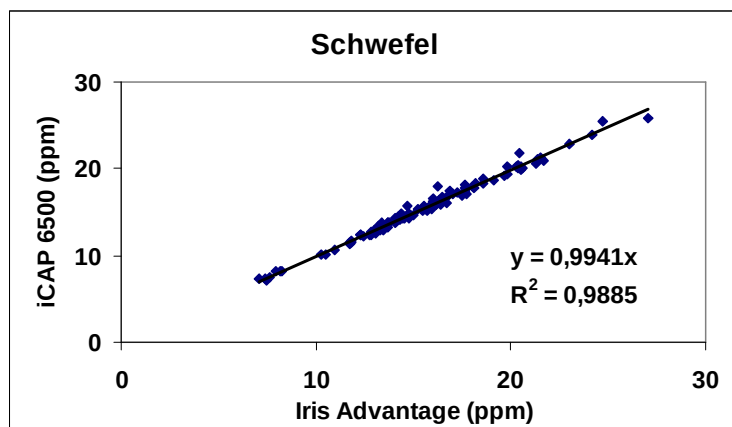
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, NFBVH, Solling15-35; erlaubte Abweichung 10%

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode SSgesICP11.2 und der hier beschriebenen Methode an der Königswasseraufschluss-Serie 2007H007.



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
S	SO ₄	IC	SSO4IC2.1	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 15.12.2007

S U L F A T

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,002	0,007	30

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D54.2.4.1
HFA-Code	D;7;1;4;1;-1;2

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/ Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Suppressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm Sulfat) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

S

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten Sammelanhang S17.1: Grundeichung + Geräteparameter Gerätekurzanleitung IC2.1	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991 Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
S	SO ₄	IC	SSO4IC2.1	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

Lösungen:

Eluent-Anionen: In einem 2 l Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃ ,sowie 0,168 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l SO₄: 1 g/l Sulfat als Natriumsulfat => 1 g/l SO₄

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄⁻-Stammlösung und je 0,5 ml Cl⁻ und F⁻-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin. auf 100 ml aufgefüllt.
⇒ 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
S	SO ₄	IC	SSO4IC2.1	-	3

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	2,0 mg/l SO ₄ -S
K2IC:	0,0833 mg/l SO ₄ -S

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.1) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

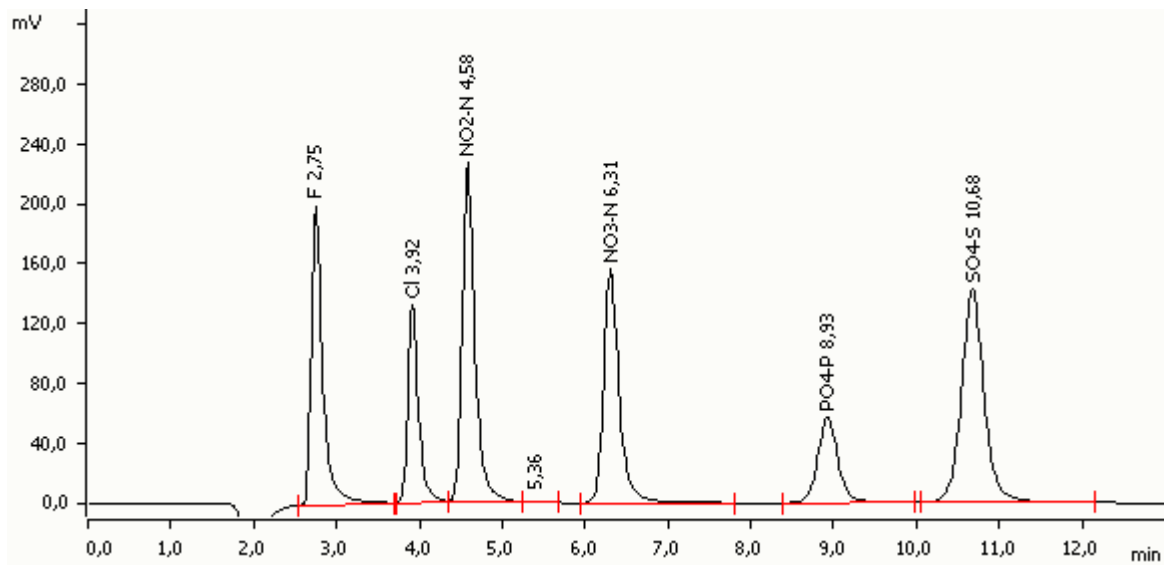
Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (2,0 mg/l S), K2IC (0,0833 mg/l S), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC).
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Sulfatkonzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogram des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)/USN	TiTigesICP2.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.07.2000

T I T A N

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DANF1.1, DAN2.2, OAKW1.1	0,04	0,12	30

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, DANF1.1
Humus	OAKW1.1, DANF1.1, DAN2.2
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D64.1.6.1
HFA-Code	D;4;2;3;1;5;4

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, werden eine axial gestellte Argonplasmafackel und ein Ultraschall-Zerstäuber (USN) eingesetzt. Dadurch wird der Plasmafackel eine wesentlich höhere Aerosolkonzentration zugeführt, was zu einer 5-10-fach höheren Signalintensität führt.

Störungen:

Das Element Na stört durch Linien-Überlagerung bei hoher Konzentration. Das Element Fe stört durch einen strukturierten Untergrund. Für Fe wird diese Störung durch rechnerische Interelement-Korrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren behoben. Wird die im Anhang 1 genannte Konzentration des Störelementes Na überschritten, so sind die gemessenen Ti-Gehalte falsch.

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen bei der Verwendung eines USN werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S10.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV1.2/2.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Ti

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)/USN	TiTigesICP2.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

ICAP 61E Trace Analyser der Fa. Thermo Jarrell Ash mit axialer Plasmafackel
 Probengeber TJA 300 (umgebaut auf 2 Racks mit je 48 Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt))
 mit Staub-Abdeckhaube
 Rechner mit Software Thermospec (Version 6.0)
 Ultraschall-Zerstäuber U 5000 AT⁺ der Fa. Cetac
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Yttrium (Y) -Standardlösung 1000 mg/l für ICP in 5 % HNO₃

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Yttrium/Cäsium-Lösung: 0,63 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 2 ml Yttrium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ti: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 5 g/l Mn
 Cd: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l
 1 ml davon wird in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt => 0,01 g/l Cd
 Al, As, Ba, Co, Cr, Cu,
 Fe, Mn, Ni, Pb, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Ca, Fe, Mg, Mn, P, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung GAUT5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,25 ml der 0,01 g/l enthaltenden Cd-Stammlösung, 0,05 ml Co-, jeweils 0,125 ml Cr-, Cu- und Ni-, jeweils 0,75 ml Pb- und Zn-, sowie jeweils 2,5 ml Mn-, Fe- und Ba- der 1 g/l enthaltenden Stammlösungen gegeben. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 50 µg/l Cd, 200 µg/l Co, 500 µg/l Cr, 500 µg/l Cu, 500 µg/l Ni, 3000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 10 mg/l Ba, 10 mg/l Fe, 10 mg/l Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)/USN	TiTigesICP2.2	3

Standardlösung HUGAKWUT7: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml Al-, Ca- und Fe-, jeweils 1 ml Mg-, Mn- und Ti-, 0,25 ml P- und 0,5 ml S- der 5 g/l enthaltenden AAS-Standardlösung gegeben. Dazu kommen 0,125 ml der 1g/l enthaltenden As-Stammlösung. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, 50 mg/l Ca, 50 mg/l Fe, 20 mg/l Mg, 20 mg/l Mn, 5 mg/l P, 10 mg/l S, 20 mg/l Ti und 0,5 mg/l As.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Ti auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S10.2), für die verschiedenen Methoden verwendet (Der Standard GAUT5 wird wegen der Störelemente benötigt. Er enthält kein Ti.)

<u>Standards</u>	
Blank:	0,0 mg/l Ti
GAUT5	0,0 mg/l Ti
HUGAKWUT7	20,0 mg/l Ti

<u>Kontrollstandard</u>	
K22	5,0 mg/l Ti

<u>Methode:</u>	KWUT GAUT DANHUT
Linie: Wellenlänge: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	Ti 330,188 BG – OMG Blank GAUT5 HUGAKWUT7
<u>Bemerkungen:</u>	Peak Offset Position: -16 Untergrund- Korrektur: +24

Ti

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)/USN	TiTigesICP2.2	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP2.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S10.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Y als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Yttrium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Als Probengefäße für den umgebauten Probengeber TJA 300 werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Königswasseraufschlußlösungen (KWUT) von Bodenaufschlüssen werden mit einem Dilutor 1:10 verdünnt und anschließend mit einer Multipette 225 µl HNO₃ konz. zugesetzt.

Königswasseraufschlußlösungen (KWUT) von Humusaufschlüssen werden mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Gesamtaufschlußlösungen (GAUT) von Bodenaufschlüssen werden mit 2 %iger HNO₃ 1:2 verdünnt.

Achtung: Bei KW-Boden- und Humus-, sowie GA-Bodenaufschlüssen müssen beim Erstellen der Autosampler-Table (siehe Gerätekurzanleitung ICP2.1) folgende Verdünnungsfaktoren eingegeben werden:

<u>Probelösung:</u>	<u>Faktor</u>
KW-Lsg. Boden	10,15
KW-Lsg. Humus	5,00
GA-Lsg. Boden	2,00

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K22; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlußlösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Ti

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ti-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER bzw. RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.2 bzw. 2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Tabelle 1:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der Ti-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrund- Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Fe	1	2	-0,0113*				
Na	3						40

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb. 1: Fe (200 ppm) Störung bei Ti (10 ppm)

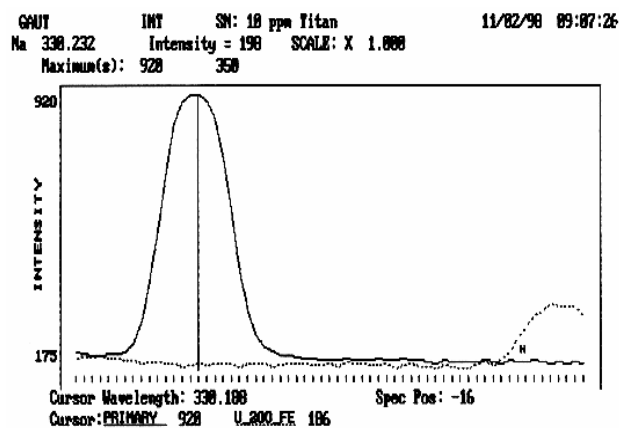


Abb.2: IEC-Faktorenermittlung

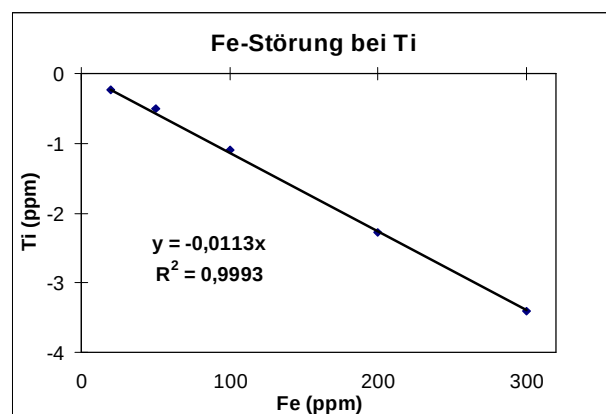
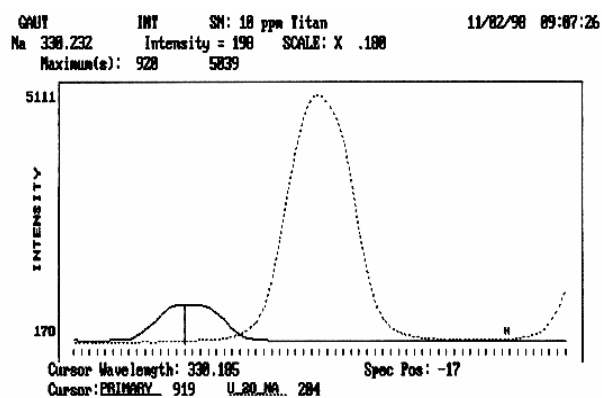
**Ti**

Abb. 3: Na (20ppm) Störung bei Ti (10 ppm)



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP8.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.05.2005

T I T A N

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,002	0,006	15

geeignet für:

Boden	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D64.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;2;-1;0

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

Ti

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S14.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP8.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf
 Dilutor der Fa. Hamilton Microlab plus 1000

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Flaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Ti
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l
 Al, Ca, Ba, Cd, Co, Cr,
 Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Zn: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Al- und Mg-, 0,25 ml der Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni- sowie 0,5 ml der Zn-ICP-Stammlösungen, sowie je 1 ml der Na-, P- und S - AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 ppm Na, P und S, 10 ppm Al und Mg, je 1000 ppb Cd, Co, Cr, Cu und Ni, 2000 ppb Zn.

Standardlösung A2SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Ca- und Fe-, je 1 ml der Mn- und Ba- und 0,5 ml der Pb - ICP-Stammlösungen, sowie 0,5 ml der 5 g/l K- AAS-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 10 ppm Ca, Fe und K, 4 ppm Mn und Ba, 2000 ppb Pb.

Ti

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP8.1	3

Standardlösung A3SM: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg- und 1 ml der Mn - AAS-Stammlösungen, sowie 2,5 ml der 1 g/l Ti- ICP-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg 20 ppm Mn, 10 ppm Ti.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.2), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Ti
A1SM	0,0 mg/l Ti
A2SM	0,0 mg/l Ti
A3SM	10,0 mg/l Ti
A4	0,0 mg/l Ti

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	5,0 mg/l Ti

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [μ g/l]: <u>Standards:</u>	Ti 334.941 BG – 15 Blank A3SM
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl: 1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP8.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschlusslösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ti-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP16.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.02.2007

T I T A N

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,0006	0,002	12

geeignet für:

Boden	DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN1.1, DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D64.1.6.1
HFA-Code	D;4;1;2;-1;-1;2

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasmabetrachtung erfolgt radial.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

Ti

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gerätevergleich Iris Advatage / iCAP6500 Sammelanhang S20.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP16.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
Dilutor der Fa. Hamilton, Microlab plus 1000

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ti: AAS-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Ti
Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg,
Mn, Na, Ni, Pb, Zn: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S:
AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung GA1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der Cd-, sowie je 0,25 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Zn-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- Mn- und Na-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,1 ml der P- und S, 0,25 ml der K- sowie 1 ml der Ca-AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 2 mg/l Al, Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP16.1	3

Standardlösung GA2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,25 ml der Cd-, sowie jeweils 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,2 ml der Zn-, 0,25 ml der K-, je 0,5 ml der Mg- und Pb-, 1 ml der Ba-, sowie je 5 ml der Al- und Fe-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Mn-, Na- und P-, sowie 2 ml der Ca-AAS-Standardlösung zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 40 mg/l Ca.

Standardlösung GA3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,375 ml der Cd- und 0,75 ml der Cu-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,25 ml der Ca-, 0,3 ml der Zn- und 2 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, je 2 ml der Al-, K- und Mg-, sowie 5 ml der Fe-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cu, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, Na, P und S, 40 mg/l Al und K, 100 mg/l Fe.

Standardlösung GA4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der As-, je 0,25 ml der Na- und Mn- sowie 0,5 ml der Ti-ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,05 ml der P-, 0,25 ml der S-, je 1 ml der K- und Mg-, 2 ml der Fe- sowie je 5 ml der Al- und Ca-AAS-Standardlösungen. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l As, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 40 mg/l Fe, 100 mg/l Al und Ca.

Standardlösung GA5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 0,75 ml der Co- und Ni- sowie 1 ml der Cr-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,4 ml der Zn- und 4 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Ca-, Mn-, Na- und P sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, K- Mg- und S-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 300 µg/l Co und Ni, 400 µg/l Cr, 1600 µg/l Zn, 5 mg/l Ca, Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, Mg, K und S, 16 mg/l Ti.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP16.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Ti auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S20.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Ti
GA1	2,0 mg/l Ti
GA2	10,0 mg/l Ti
GA3	20,0 mg/l Ti
GA4	1,0 mg/l Ti
GA5	5,0 mg/l Ti

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	1,0 mg/l Ti

<u>Methode:</u>	DAN1.1Humus DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	Ti 337.280 radial BG – OMG Blank GA3 GA4 GA5
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund-</u> <u>korrektur:</u> Pos. links: 5 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 15 Pixelanzahl: 1

Ti

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP16.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S20.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet. Königswasserauflösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

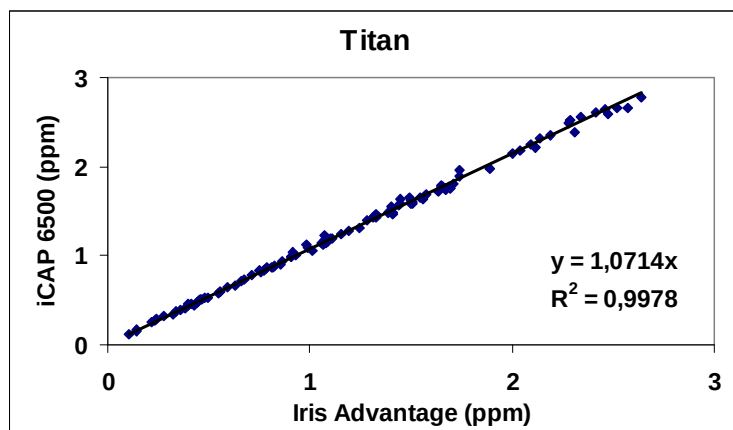
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ti-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode TiTigesICP8.1 und der hier beschriebenen Methode an der Königswasseraufschluss-Serie 2007H007.



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP2.3	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.07.2000

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL 1.1; DAN2.2		(2)	750

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1
Humus	
Pflanze	DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.4.2 / D73.1.6.4
HFA-Code	D;4;2;3;1;9;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenzplasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axial gestellte Argonplasmafackel und ein Ultraschall-Zerstäuber (USN) eingesetzt. Dadurch wird der Plasmafackel eine wesentlich höhere Aerosolkonzentration zugeführt, was zu einer 5-10-fach höheren Signalintensität führt.

Störungen:

Die Elemente Cu, Fe, Mo und Ni stören durch Linienüberlagerung bei hoher Konzentration. Für Fe und Ni wird diese Störung durch rechnerische Interelement-Korrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren behoben. Bei den Elementen Cu und Mo kommt es nur bei hohen Konzentrationen des Störelements, die in der Regel nicht in den Probelösungen vorkommen, zu Störungen. Werden die im Anhang 1 genannten Konzentrationen der Störelemente überschritten, so sind die gemessenen Zn-Gehalte falsch.

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrix-Störungen bei der Verwendung eines USN werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S6.3: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV1.2/2.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP2.3	2

Analysengeräte und Zubehör:

ICAP 61E Trace Analyser der Fa. Thermo Jarrell Ash mit axialer Plasmafackel
 Probengeber TJA 300 (umgebaut auf 2 Racks mit je 48 Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt))
 mit Staub-Abdeckhaube
 Rechner mit Software Thermospec (Version 6.0)
 Ultraschall-Zerstäuber U 5000 AT⁺ der Fa. Cetac
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Yttrium (Y)-Standardlösung 1000 mg/l für ICP in 5 % HNO₃

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Yttrium/Cäsium-Lösung: 0,63 g CsCl werden in einem 1 l-Flaskolben eingewogen, mit 2 ml Yttrium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Zn
 1 ml davon wird in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃, 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt => 0,01 g/l
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 1 ml davon wird jeweils in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt => 0,01 g/l
 Al, As, Mg, Mn, Pb: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Ca, Fe, Mg, Mn, P, S, Ti: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung ICPUT5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml Cd, 0,5 ml Cr, 2,5 ml Co, 2,5 ml Cu, 2,5 ml Ni und 2,5 ml As der 0,01 g/l enthaltenden Stammlösungen gegeben; dazu kommen 0,05 ml Pb, 0,125 ml Zn, 0,5 ml Al, 0,5 ml Fe, 0,5 ml Mg und 0,625 ml Mn der 1g/l enthaltenden Stammlösungen. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 20 µg/l Cd, 20 µg/l Cr, 100 µg/l Co, 100 µg/l Cu, 100 µg/l Ni, 100 µg/l As, 200 µg/l Pb, 500 µg/l Zn, 2 mg/l Al, 2mg/l Fe, 2 mg/l Mg und 2,5 mg/l Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP2.3	3

Standardlösung ICPUT8: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,5 ml Mg-, 0,5 ml P-, 0,5 ml S-, 1 ml Al-, 1 ml Fe-, 1 ml Mn- 1 ml Ti- und 2 ml Ca- der 5g/l enthaltenden AAS-Standardlösung gegeben, mit HNO₃, 65 %, p.a versetzt und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
=> 20 mg/l Al, 40 mg/l Ca, 20 mg/l Fe, 10 mg/l Mg, 20 mg/l Mn, 10 mg/l P, 10 mg/l S und 20 mg/l Ti.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S6.3), für die verschiedenen Methoden verwendet (Der Standard ICPUT8 wird wegen der Störelemente benötigt. Er enthält kein Zn.)

<u>Standards</u>	
Blank:	0,0 µg/l Zn
ICPUT5:	500,0 µg/l Zn
ICPUT8:	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K21	100,0 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	ANULUT GBLUT EXTUT DANUT
Linie:	Zn
Wellenlänge:	213,856
Messbereich [µg/l]:	BG - OMG
<u>Standards:</u>	Blank ICPUT5 ICPUT8
Bemerkungen:	Untergrund-Korrektur +24 Interelem.-Korrektur bei Fe, Ni

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP2.3	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP2.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S6.3 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Y als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Yttrium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Als Probengefäße für den umgebauten Probengeber TJA 300 werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Bodenextrakte werden mit 600 µl HNO₃ konz. pro 20 ml Probe versetzt.

Schwermetallwasserproben (versetzt mit 1 ml HNO₃ konz. pro 100 ml Probe) werden mit 400 µl HNO₃ konz. pro 20 ml Probe versetzt.

Salpetersaure Druckaufschlußlösungen (DANUT) werden ohne Zusatz direkt aus den Probengefäßen gemessen.

Achtung: Bei Bodenextrakten und Schwermetall-Wasserproben müssen beim Erstellen der Autosampler-Table (siehe Gerätekurzanleitung ICP2.1) folgende Verdünnungsfaktoren eingegeben werden:

<u>Probelösung</u>	<u>Faktor</u>
Bodenextrakte	1,03
SM-Wasserproben	1,02

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K21; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser SM1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER bzw. RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.2 bzw. 2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur

Tabelle 1a:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der Zn-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelementkorrektur			Untergrundkorrek- tur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Fe	1	2	0,008*	-			
Ni	3	4	0,0032*				
Cu	5						1
Mo	6						0,2

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb. 1: Fe (20 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb)

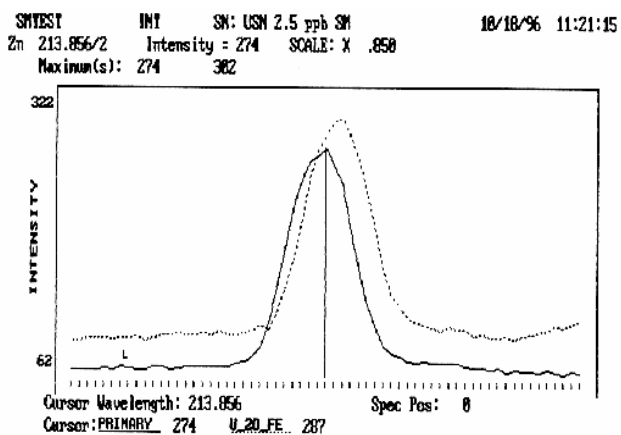


Abb. 2: IEC-Faktorenermittlung

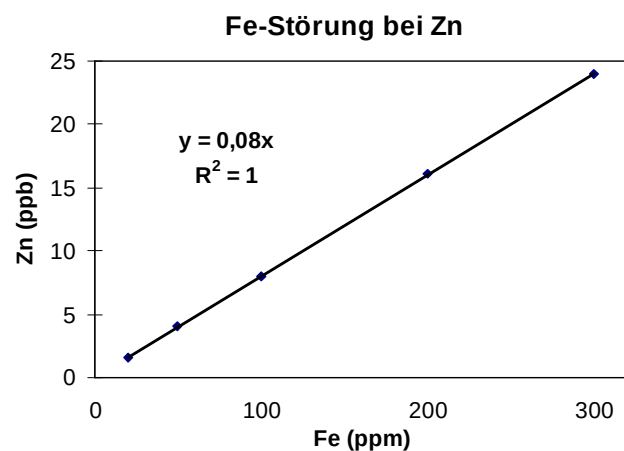


Abb. 3: Ni (0,5 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb)

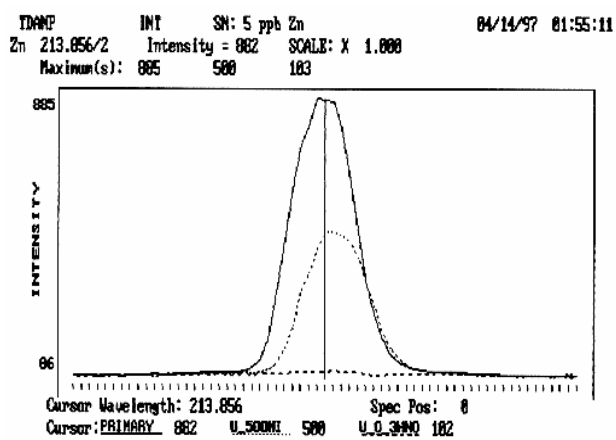


Abb. 4: IEC-Faktorermittlung

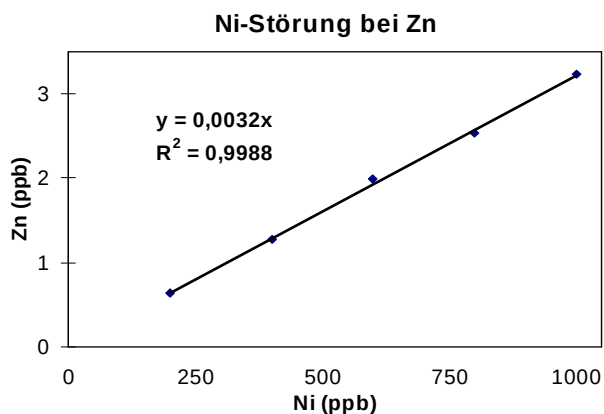


Abb. 5: Cu (1 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb):

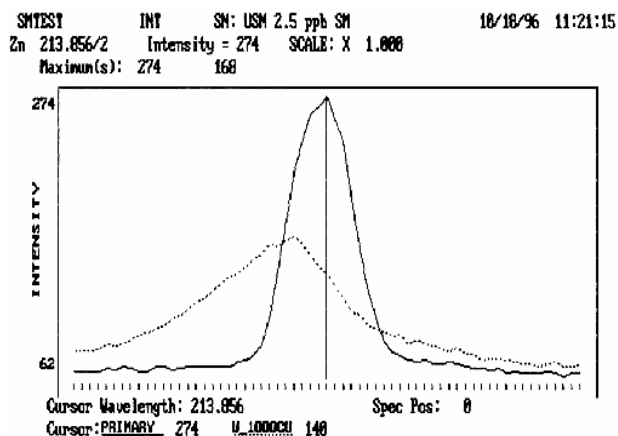
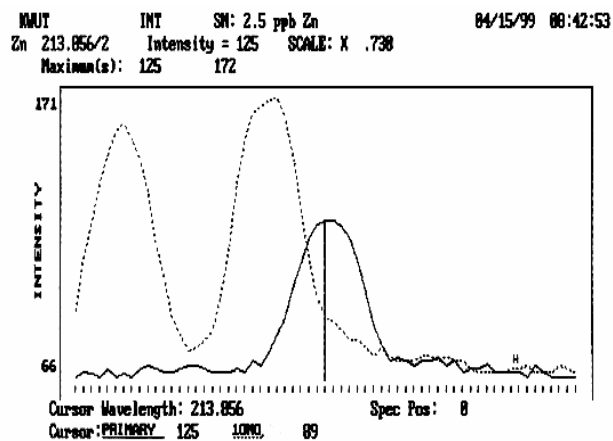


Abb. 6: Mo (10 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb)



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP3.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.07.2000

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DANF1.1, DAN2.2, OAKW1.1	0,35	1	4000

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, DANF1.1
Humus	OAKW1.1, DANF1.1, DAN2.2
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.6.4
HFA-Code	D;4;2;3;1;9;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenzplasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axial gestellte Argonplasmafackel und ein Ultraschall-Zerstäuber (USN) eingesetzt. Dadurch wird der Plasmafackel eine wesentlich höhere Aerosolkonzentration zugeführt, was zu einer 5-10-fach höheren Signalintensität führt.

Störungen:

Die Elemente Cu, Fe, Mo und Ni stören durch Linienüberlagerung bei hoher Konzentration. Für Fe und Ni wird diese Störung durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren behoben. Bei den Elementen Cu und Mo kommt es nur bei hohen Konzentrationen des Störelements, die in der Regel nicht in den Probelösungen vorkommen, zu Störungen. Werden die im Anhang 1 genannten Konzentrationen der Störelemente überschritten, so sind die gemessenen Zn-Gehalte falsch.

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen bei der Verwendung eines USN werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S10.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV1.2/2.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP3.2	2

Analysengeräte und Zubehör:

ICAP 61E Trace Analyser der Fa. Thermo Jarrell Ash mit axialer Plasmafackel
 Probengeber TJA 300 (umgebaut auf 2 Racks mit je 48 Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt))
 mit Staubabdeckhaube
 Rechner mit Software Thermospec (Version 6.0)
 Ultraschall-Zerstäuber U 5000 AT⁺ der Fa. Cetac
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Yttrium (Y)-Standardlösung 1000 mg/l für ICP in 5 % HNO₃

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Yttrium/Cäsium-Lösung: 0,63 g CsCl werden in einem 1 l-Flaskolben eingewogen, mit 50 ml Yttrium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l
 Cd: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l
 1 ml davon wird in einen 100 ml PFA-Kolben gegeben, mit 3 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt => 0,01 g/l Cd
 Al, As, Ba, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Ca, Fe, Mg, Mn, P, S, Ti: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung GAUT5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,25 ml der 0,01 g/l Cd-Stammlösung, 0,05 ml Co-, jeweils 0,125 ml Cr-, Cu- und Ni-, jeweils 0,75 ml Pb- und Zn-, sowie jeweils 2,5 ml Mn-, Fe- und Ba- der 1 g/l Stammlösungen gegeben. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
 => 50 µg/l Cd, 200 µg/l Co, 500 µg/l Cr, 500 µg/l Cu, 500 µg/l Ni, 3000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 10 mg/l Ba, 10 mg/l Fe, 10 mg/l Mn.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP3.2	3

Standardlösung HUGAKWUT7: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml Al-, Ca- und Fe-, jeweils 1 ml Mg-, Mn- und Ti- , 0,25 ml P- und 0,5 ml S- der 5 g/l enthaltenden AAS-Standardlösung gegeben. Dazu kommen 0,125 ml der 1g/l enthaltenden As-Stammlösung. Es werden 7,5 ml HNO₃ 65 %, p.a zugegeben und mit H₂O bidemin. auf 250 ml aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, 50 mg/l Ca, 50 mg/l Fe, 20 mg/l Mg, 20 mg/l Mn, 5 mg/l P, 10 mg/l S, 20 mg/l Ti und 0,5 mg/l As.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S10.2), für die verschiedenen Methoden verwendet (Der Standard HUGAKWUT7 wird wegen der Störelemente benötigt. Er enthält kein Zn):

<u>Standards</u>	
Blank:	0,0 µg/l Zn
GAUT5	3000,0 µg/l Zn
HUGAKWUT7	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K22	500,0 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	KWUT GAUT DANHUT
Linie: Wellenlänge: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Zn 213,856 BG - OMG Blank GAUT5 HUGAKWUT7
Bemerkungen:	Untergrund- Korrektur +24 Interelem.- Korrektur bei Fe, Ni

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)/USN	ZnZngesICP3.2	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP2.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S10.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Y als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Yttrium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Als Probengefäße für den umgebauten Probengeber TJA 300 werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Königswasseraufschlußlösungen (KWUT) von Boden-Aufschlüssen werden mit einem Dilutor 1:10 verdünnt und anschließend mit einer Multipette 225 µl HNO₃ konz. zugesetzt.

Königswasseraufschlußlösungen (KWUT) von Humusaufschlüssen werden mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Gesamtaufschlußlösungen (GAUT) von Bodenaufschlüssen werden mit 2 %iger HNO₃ 1:2 verdünnt.

Achtung: Bei KW-Boden- und Humus-, sowie GA-Bodenaufschlüssen müssen beim Erstellen der Autosampler-Table (siehe Gerätekurzanleitung ICP2.1) folgende Verdünnungsfaktoren eingegeben werden:

<u>Probelösung</u>	<u>Faktor</u>
KW-Lsg. Boden	10,15
KW-Lsg. Humus	5,00
GA-Lsg. Boden	2,00

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K22; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlußlösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER bzw. RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.2 bzw. 2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur

Tabelle 1a:

Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der Zn-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelement-Korrektur			Untergrund-Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Fe	1	2	0,08*	-			
Ni	3	4	0,0032*				
Cu	5						1
Mo	6						0,2

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb. 1: Fe (20 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb)

Abb. 2: IEC-Faktorenermittlung

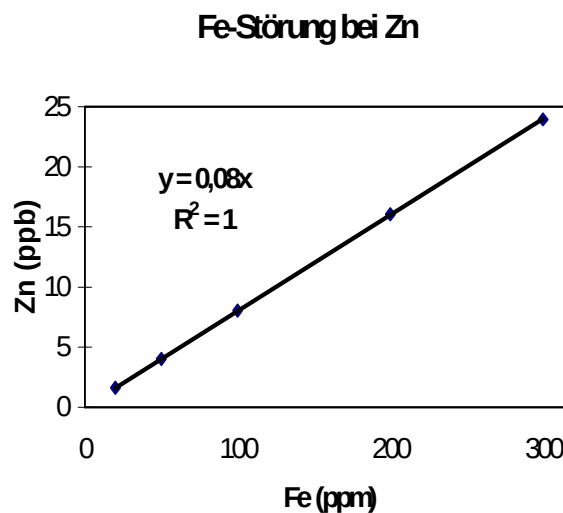
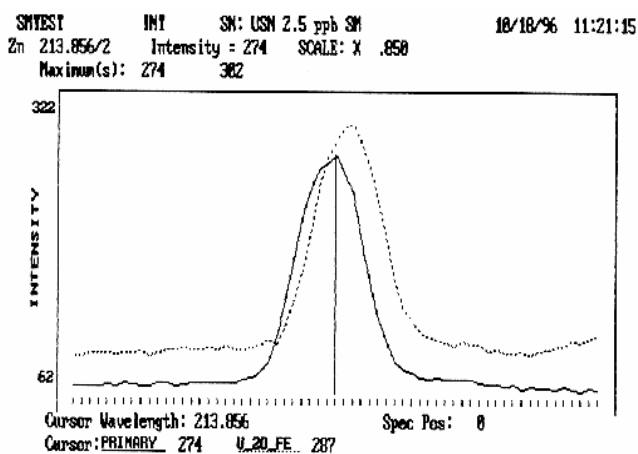


Abb. 3: Ni (0,5 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb)

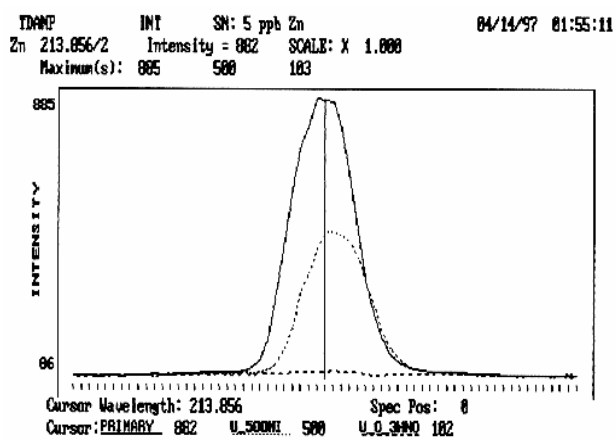


Abb. 4: IEC-Faktorermittlung

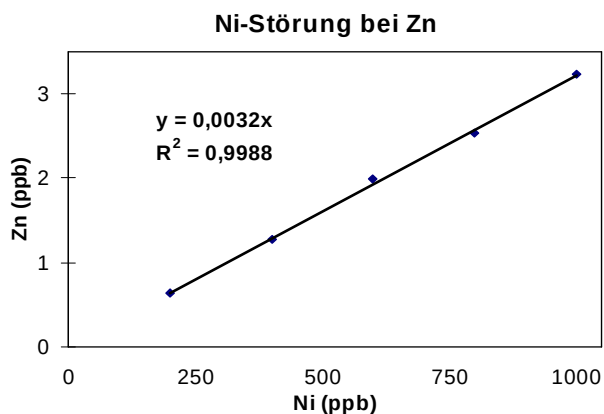


Abb. 5: Cu (1 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb):

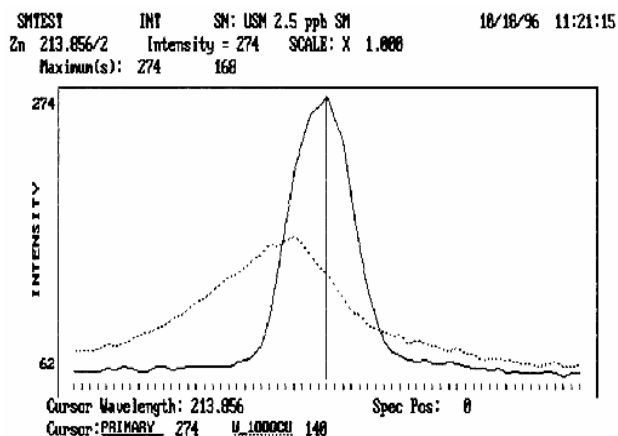
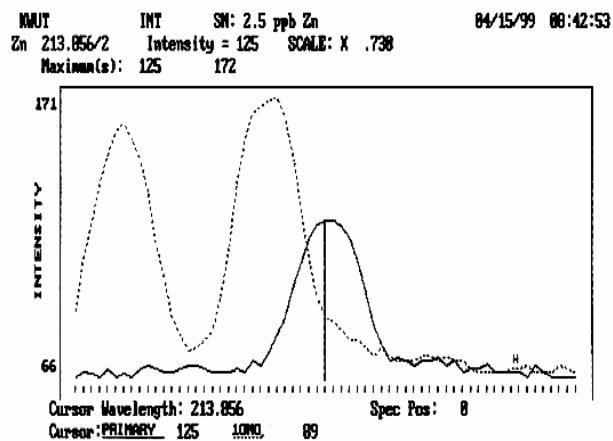


Abb. 6: Mo (10 ppm) Störung bei Zn (2,5 ppb)



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP4.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.2001

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
EXTEDTA1.1	0,6	2	3000

geeignet für:

Boden	EXTEDTA1.1
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.5.2
HFA-Code	D;4;2;2;-1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenzplasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axial gestellte Argonplasmafackel eingesetzt, was zu einer 2-5-fach höheren Signalintensität führt (günstigeres Signal-Rausch-Verhältnis)

Störungen:

Die Elemente Fe und Ni stören durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis von ermittelten Korrekturfaktoren behoben.

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines Untergrundkorrekturpunktes an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

Das Element Fe wird mit einem 20 ppm Fe enthaltenden Standard geeicht. Die dadurch bedingte Ungenauigkeit der Messung für Fe im Bereich oberhalb 200 ppm ist wegen des niedrigen IEC-Faktors jedoch zu vernachlässigen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S12.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP2.1 Kurzanleitung ICP-DV1.2/2.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP4.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

ICAP 61E Trace Analyser der Fa. Thermo Jarrell Ash mit axialer Plasmafackel
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Argonbefeuchter der Fa. Thermo Jarrell Ash
 Probengeber TJA 300 (umgebaut auf 2 Racks mit je 48 Szintillationsgefäßen (20 ml, Fa. Sarstedt))
 mit Staubabdeckhaube
 Rechner mit Software Thermospec (Version 6.0)
 Multipette der Fa. Eppendorf

Chemikalien:

Na-EDTA (Titriplex III) ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)

Lösungen:

0,1m EDTA-Lösung: in einen 1 l-Kolben wird eine Ampulle Titriplex III gegeben und mit H₂O bidemin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l
 As, Ba, Cd, Cr, Co, Cu, Ni, Pb: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Fe, Ti: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung EDTA1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden jeweils 0,25 ml Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni-, 0,5 ml Zn- sowie 2,5 ml Pb- der 1 g/l enthaltenden Stammlösungen gegeben und mit 0,1 molarer EDTA-Lösung auf 250 ml aufgefüllt.
 => 1000 µg/l Cd, 1000 µg/l Co, 1000 µg/l Cr, 1000 µg/l Cu, 1000 µg/l Ni, 10 000 µg/l Pb, 2000 µg/l Zn.

Standardlösung EDTA2: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 1 ml Al-, Fe- und Ti der 5 g/l enthaltenden AAS-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,1 ml As und 0,5 ml Ba der 1g/l enthaltenden Stammlösungen. Es wird mit 0,1 molarer EDTA-Lösung auf 250 ml aufgefüllt.
 => 20 mg/l Al, 20 mg/l Fe, 20 mg/l Ti, 2 mg/l Ba, 400 µg/l As.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S12.1), für die verschiedenen Methoden verwendet (Der Standard EDTA2 wird wegen der Störelemente benötigt. Er enthält kein Zn):

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP4.1	3

<u>Standards</u>	
Blank	0 µg/l Zn
EDTA1	2000 µg/l Zn
EDTA2	0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K23	1000 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	EDTA
Linie:	Zn
Wellenlänge:	213,856
Messbereich [µg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank EDTA1 EDTA2
Bemerkungen:	Untergrund-Korrektur +24 Interelem.-Korrektur bei Fe, Ni

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP2.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S12.1 zusammengestellt.

Als Probengefäße für den umgebauten Probengeber TJA 300 werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K23; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER bzw. RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.2 bzw. 2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur

Tabelle 1a:
Störungen und ihre Korrektur bzw. Bewertung bei der Zn-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>					
		Interelement-Korrektur			Untergrund-Korrektur		Keine Korrektur
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2	Unter- grund- punkte	Störung ab (ppm):	Störung ab (ppm)
Fe	1	2	0,074*	-			
Ni	3	4	0,0032*				

* Die Korrekturfaktoren können sich über längere Zeiträume durch Instabilitäten der Optik verändern. Sie werden deshalb regelmäßig durch Messung spezieller Standardlösungen überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Abb. 1: Fe (250 ppm) Störung bei Zn (25 ppb)

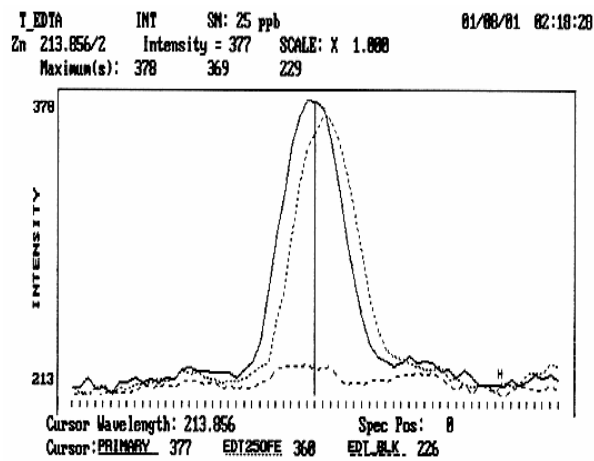


Abb. 2: IEC-Faktorermittlung

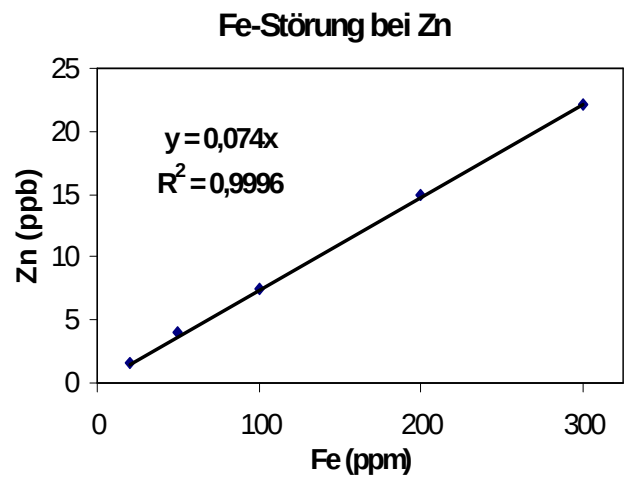


Abb. 3: Ni (1 ppm) Störung bei Zn (25 ppb)

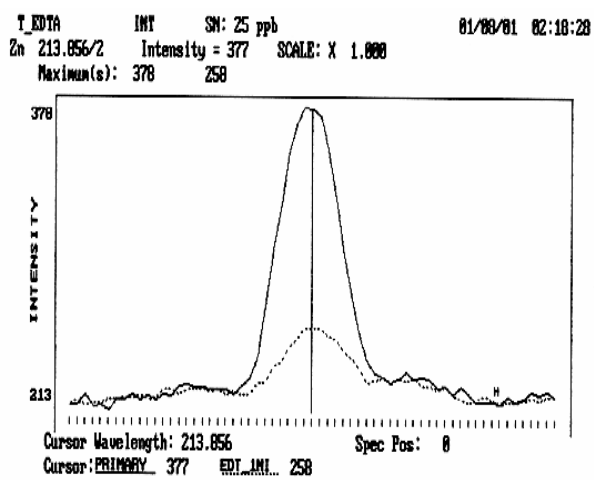
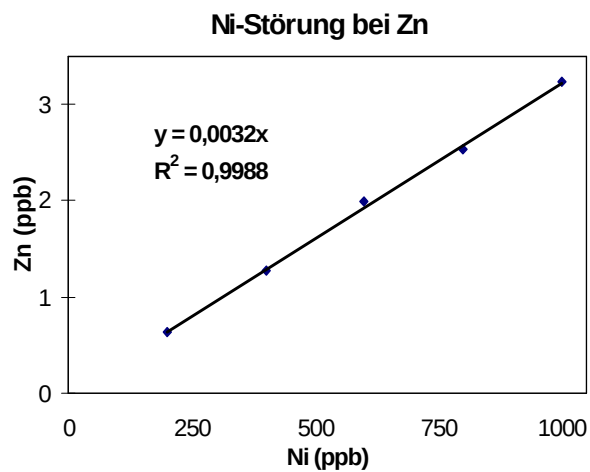


Abb. 4: IEC-Faktorermittlung



Anhang Nr.

1

für

Zn

Znges

ICP(sim)

ZngesICP4.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP8.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 10.03.2003

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,4	1,4	3000

geeignet für:

Boden	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.6.4
HFA-Code	D;4;1;2;2;4;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Das Element Fe stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Inter-elementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse sowie Störungen durch Linien des Elementes Ti werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Viskositätsschwankungen aufgrund unterschiedlicher Gesamtsalzkonzentrationen werden durch Messung mit internem Standard ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S14.2: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP8.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Elemental mit radialer Plasmafackel
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf
 Dilutor der Fa. Hamilton Microlab plus 1000

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml konz. HNO₃ werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Scandium/Cäsium-Lösung: 1,26 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 10 ml Scandium-Standardlösung sowie 30 ml konz. HNO₃ versetzt und mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Zn

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Al, Ca, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung A1SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Al- und Mg-, 0,25 ml der Cd-, Co-, Cr-, Cu- und Ni- sowie 0,5 ml der Zn-ICP-Stammlösungen, sowie je 1 ml der Na-, P- und S- AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 ppm Na, P und S, 10 ppm Al und Mg, je 1000 ppb Cd, Co, Cr, Cu und Ni, 2000 ppb Zn.

Standardlösung A2SM: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 2,5 ml der Ca- und Fe-, je 1 ml der Mn- und Ba- und 0,5 ml der Pb - ICP-Stammlösungen, sowie 0,5 ml der 5 g/l K- AAS-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 10 ppm Ca, Fe und K, 4 ppm Mn und Ba, 2000 ppb Pb.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP8.1	3

Standardlösung A3SM: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 2,5 ml der Al-, Ca-, Fe-, K- und Mg- und 1 ml der Mn - AAS-Stammlösungen, sowie 2,5 ml der 1 g/l Ti- ICP-Stammlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 50 mg/l Al, Ca, Fe, K und Mg 20 ppm Mn, 10 ppm Ti.

Standardlösung A4: In einen 250 ml-Glaskolben werden jeweils 5 ml der Al-, Ca- und Fe-AAS-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S14.2), für die verschiedenen Methoden verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Zn
A1SM	2000,0 µg/l Zn
A2SM	0,0 µg/l Zn
A3SM	0,0 µg/l Zn
A4	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	500 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Linie: Wellenlänge: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Zn 213.856 BG – 3000 Blank A1SM
<u>Bemerkungen:</u>	Untergrund- Korrektur: Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

Der Blank wird in 2 %-iger HNO₃ angesetzt (= 7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml).

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP8.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S14.2 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Sc als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Scandium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Königswasseraufschluss-Lösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 16 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Messung der Standardaufschlusslösungen ISE974-LösungDANF und ISE974LösungKöWa; erlaubte Abweichung bei HE 5 %, bei SM 10 % vom Sollwert

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Tabelle 1a:

Störungen und ihre Korrektur bei der Zn-Messung:

<u>Stör- ele- ment</u>	<u>Spek- trum (Abb.)</u>	<u>Korrekturen:</u>		
		Interelementkorrektur		
		Faktor- ermittlung (Abb.)	Korrektur- faktor 1	Korrektur- faktor 2
F e	1	2	0,0288	-0,0003

Abb. 1: Fe (100 ppm) Störung bei Zn213.856 (20 ppb)

Abb. 2: IEC-Faktorermittlung

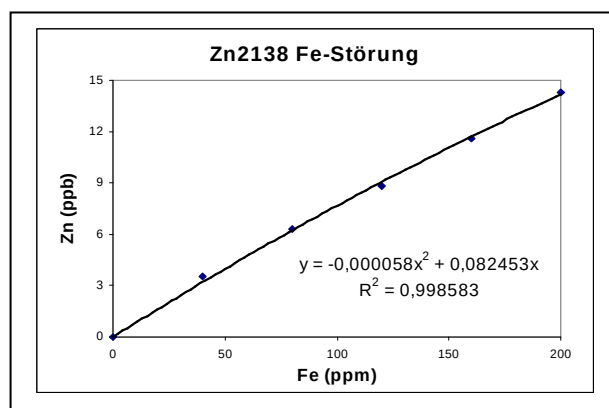
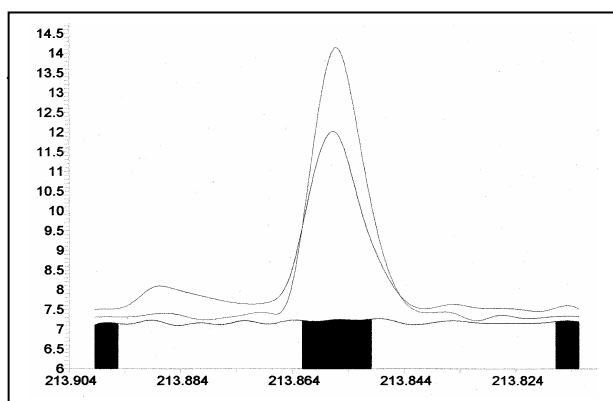
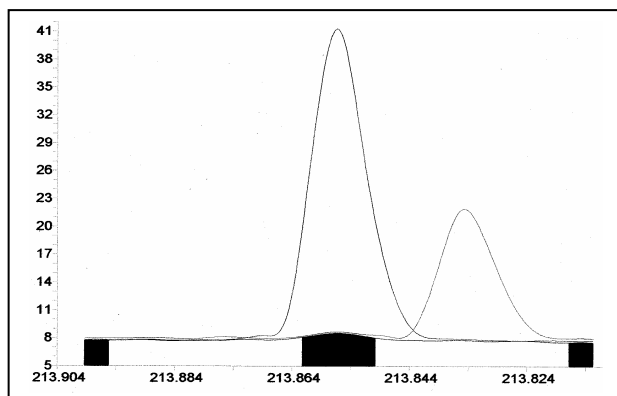


Abb. 3: Ti (50 ppm) Störung bei Zn213.856 (100 ppb)



Anhang Nr.

1

für

Zn

Znges

ICP(sim)

ZnZngesICP8.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP14.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.09.2006

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULL, DAN2.2	0,07	0,23	500

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	DAN2.2
Wasser	ANULL

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D1.1.4.2
HFA-Code	D;4;2;3;1;-1;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, werden eine axial gestellte Plasmafackel und ein Ultraschall-Zerstäuber eingesetzt. Dadurch wird der Plasmafackel eine wesentlich höhere Aerosolkonzentration zugeführt, was zu einem 5-10-fach höheren Messsignal führt.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen. Gesamtmatrixstörungen werden durch CsCl-Zusatz minimiert. Schwankungen in der Aerosolerzeugung werden durch Messung mit internem Standard beseitigt.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gerätevergleich Trace Analyzer / iCAP6500	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002
Sammelanhang S18.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987
Kurzanleitung ICP4.1	
Kurzanleitung ICP-DV2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP14.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Ultraschall-Zerstäuber U 5000 AT⁺ der Fa. Cetac
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec für Probengeber
 Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt)
 Rechner mit Software iTeva
 Mischsystem für internen Standard und Matrixanpassung
 Multipette der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
 1000 ml-Messkolben aus Glas

Chemikalien:

Cäsiumchlorid (CsCl) p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Y-Standardlösung 1000 mg/l für ICP in 5% HNO₃

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.
 Yttrium/Cäsium-Lösung: 0,9 g CsCl werden in einem 1 l-Glaskolben eingewogen, mit 0,4 ml Yttrium-Standardlösung sowie 30 ml 65 % HNO₃ suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: Lösung A: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Zn
 Zn: Lösung B: 1:10 Verdünnung von Lösung A => 0,1 g/l Zn
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
 Al, Ca, Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung SM 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 50 µl der Cd-, Co-, Cr- und Ni-, 100 µl der Cu- und Pb- sowie 625 µl der Zn- Lösung B sowie 2,5 ml der 1 g/l enthaltenden Ca-ICP-Standardlösung gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 20 ppb Cd, Co, Cr und Ni, 40 ppb Cu und Pb, 250 ppb Zn, 10 ppm Ca

Standardlösung IEC: In einen 250 ml PFA-Kolben werden je 1 ml der Al- und Ti ICP-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
 => 4 ppm Al und Ti

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP14.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S18.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Zn
SM 1	250,0 µg/l Zn
IEC	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K25	100 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	ANULLSM DAN2.2
Element: Wellenlänge: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Zn 213.856 BG – 500 Blank SM 1
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrundkorrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl: 2

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP14.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisionsnummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S18.1 zusammengestellt.

Die Messung der Proben erfolgt mit Zusatz von CsCl zur Erhöhung der Salzkonzentration und Vereinheitlichung der Probenmatrix sowie mit Zusatz von Y als internem Standard. Dazu wird über ein T-Stück und einen 2. Kanal der Schlauchpumpe zur Probenzuführung die Yttrium/Cäsium-Lösung im Verhältnis Probe:Lösung von 10:1 der Probe kontinuierlich zudosiert und über eine Glasrohrspirale mit 5 Windungen gemischt.

Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Wasserproben werden mit 400 µl HNO₃ 65 % suprapur pro 20 ml Probe versetzt. Als Verdünnungsfaktor wird in die zu erstellende Probengebertabelle 1,02 eingegeben (siehe Gerätekurzanleitung ICP4.1).

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

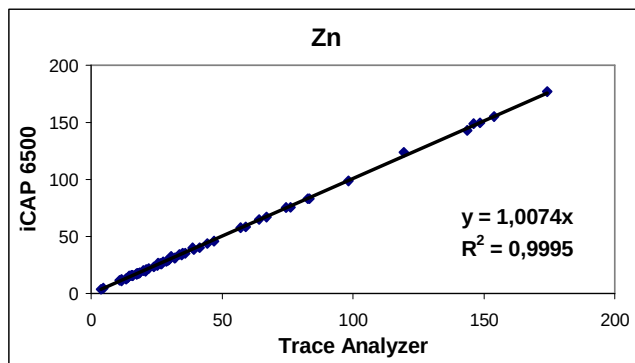
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K25; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser SM1 mitgemessen; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Gerätevergleich Trace Analyzer / iCAP 6500

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode ZnZngesICP2.3 und der hier beschriebenen Methode an der Serie 2006W042.



Anhang Nr.

1

für

Zn

Znges

ICP(sim)

ZnZngesICP14.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP15.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2006

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN2.2	0,14	0,47	1200

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	DAN2.2
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.6.4
HFA-Code	D;4;2;2;-1;4;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Das Element Eisen stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Gerätevergleich ICP-Trace / iCAP6500 Sammelanhang S19.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP15.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
Szintillationsgefäße ,20 ml, Fa. Sarstedt
Rechner mit Software iTeva
Multipette der Fa. Eppendorf
250 ml und Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: Lösung A: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Zn
Zn: Lösung B: 1:10 Verdünnung von Lösung A => 0,1 g/l Zn
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb: Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft)=> jeweils 1 g/l
Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ti:
ICP-Standards (Fa. B. Kraft)=> jeweils 1 g/l
Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S:
AAS-Standards (Fa. B. Kraft)=> jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung DAN 1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,05 ml der Cd-, je 0,1 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie 0,25 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,025 ml der Zn-, je 0,25 ml der Fe- und Mn-, sowie 1 ml der Ca - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,05 ml der P-, je 0,25 ml der K- und S-, sowie je 1 ml der Al-, Mg- und Na - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 20 µg/l Cd, 40 µg/l Co, Cr und Ni, 100 µg/l Cu und Zn, 1 mg/l Fe, Mn und P, 4 mg/l Ca, 5 mg/l K und S, 20 mg/l Al, Mg und Na.

Standardlösung DAN 2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,025 ml der Cd-, je 0,05 ml der Co-, Cr- und Ni-, sowie je 0,5 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,075 ml der Zn-, je 0,1 ml der Al-, Fe- und Mg-, 0,25 ml der Ba-, sowie je 2,5 ml der Ca- und Mn- ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Na- und P-, sowie 1,5 ml der K - AAS-

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP15.1	3

Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 10 µg/l Cd, 20 µg/l Co, Cr und Ni, 200 µg/l Cu und Pb, 300 µg/l Zn, 0,4 mg/l Al, Fe und Mg, 1 mg/l Ba, 5 mg/l Na und P, 10 mg/l Ca und Mn, 30 mg/l K.

Standardlösung DAN 3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,075 ml der Cd-, 0,15 ml der Cr- und Ni-, 0,2 ml der Co- und 0,75 ml der Cu - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Ca-, 0,15 ml der Zn-, je 0,25 ml der Na- und Ti-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- und Mn - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden 0,5 ml der P-, je 1 ml der K- und S-, sowie 1,5 ml der Mg - AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
=> 30 µg/l Cd, 60 µg/l Cr und Ni, 80 µg/l Co, 300 µg/l Cu, 600 µg/l Zn, 0,4 mg/l Ca, 1 mg/l Na und Ti, 2 mg/l Al, Fe und Mn, 10 mg/l P, 20 mg/l K und S, 30 mg/l Mg.

Standardlösung DAN 4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,1 ml der Cd-, 0,15 ml der Co-, je 0,2 ml der Cr- und Ni-, sowie je 1 ml der Cu- und Pb - Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Mn- 0,125 ml der K-, 0,25 ml der Zn-, sowie 1 ml der Fe - ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Al- und Mg-, je 1 ml der Ca- und P-, sowie 1,5 ml der Na - AAS-Standardlösungen zugegeben.
=> 40 µg/l Cd, 60 µg/l Co, 80 µg/l Cr und Ni, 400 µg/l Cu und Pb, 1000 µg/l Zn, 0,4 mg/l Mn, 0,5 mg/l K, 4 mg/l Fe, 10 mg/l Al und Mg, 20 mg/l Ca und P, 30 mg/l Na.

Standardlösung DAN 5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,5 ml der Mn-, sowie 1,5 ml der Fe - ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen je 0,25 ml der Al- und Mg-, je 0,5 ml der K-, Na- und S-, 0,75 ml der P-, sowie 2 ml der Ca - AAS-Standardlösungen .
=> 2 mg/l Mn, 5 mg/l Al und Mg, 6 mg/l Fe, 10 mg/l K, Na und S, 15 mg/l P, 40 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP15.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S19.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Zn
DAN 1	100,0 µg/l Zn
DAN 2	300,0 µg/l Zn
DAN 3	600,0 µg/l Zn
DAN 4	1000,0 µg/l Zn
DAN 5	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K26	100,0 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	DAN2.2
Element:	Zn
Wellenlänge:	213.856
Plasmabeobachtung:	axial
Messbereich [µg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank DAN 1 DAN 2 DAN 3 DAN 4
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrundkorrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP15.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S19.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K26; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 4 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	NHARZ: erlaubte Abweichung 10 %

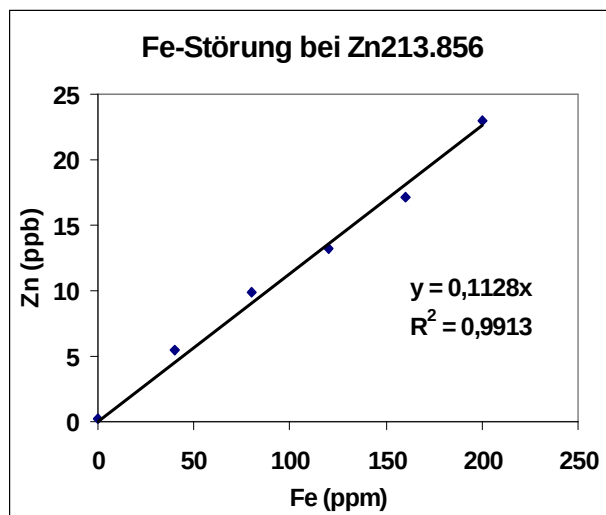
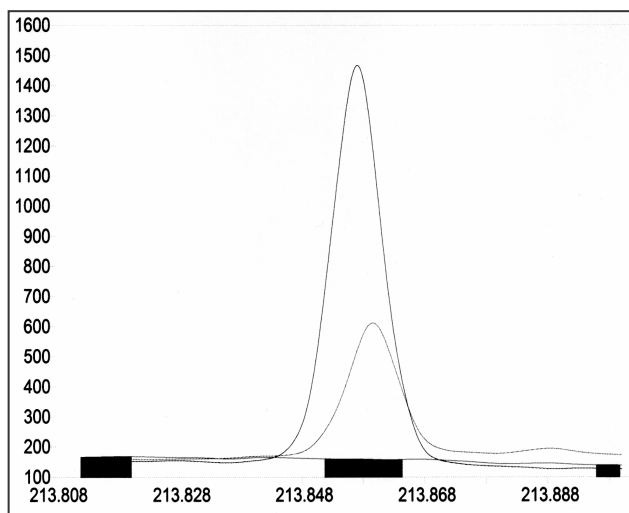
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörung und ihre Korrektur:

Fe (100 ppm) Störung bei 213.856 (50 ppb)

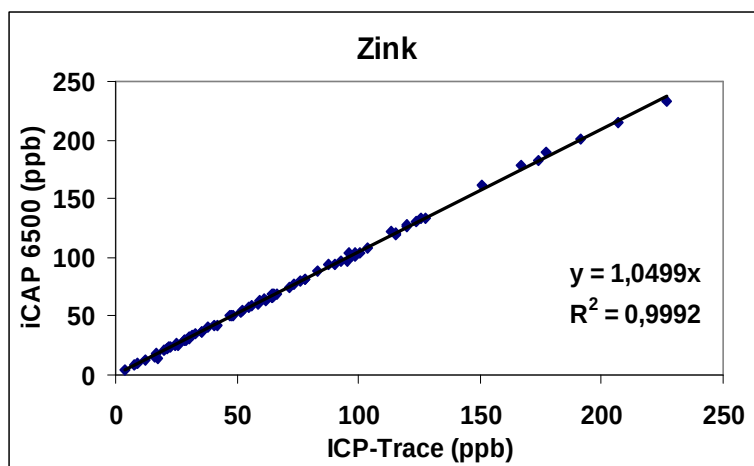
IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,1389)



Die Interelementkorrekturfaktoren müssen in regelmässigen Abständen angepasst werden.

Gerätevergleich Trace-Analyzer / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode ZnZngesICP2.2 und der hier beschriebenen Methode an der Pflanzenaufschluss-Serie 2006P001 (80 Proben).



Anhang Nr.

2

für

Zn

Znges

ICP(sim)

ZnZngesICP15.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP16.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.02.2007

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1	0,1	0,34	2000

geeignet für:

Boden	DANF1.1, OAKW1.1
Humus	DAN2.2, DANF1.1, OAKW1.1, OAKWEG1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.6.4
HFA-Code	D;4;2;2;-1;4;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Das Element Eisen stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Anhang 2: Gerätevergleich Iris Advatage / iCAP6500 Sammelanhang S20.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP16.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber
 Szintillationsgefäße ,20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 Multipette der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA
 Dilutor der Fa. Hamilton, Microlab plus 1000

Chemikalien:

Salpetersäure (HNO₃), 65 %, suprapur
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Zn
 Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K,
 Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Ti, : Lösung A: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Cd, Co, Cr, Cu, Ni: Lösung B: 1:10 Verdünnungen von Lösung A => jeweils 0,1 g/l
 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S:
 AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung GA1: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der Cd-, sowie je 0,25 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,1 ml der Zn-, sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, Mg- Mn- und Na-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,1 ml der P- und S, 0,25 ml der K- sowie 1 ml der Ca-AAS-Standardlösungen zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 2 mg/l Al, Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP16.1	3

Standardlösung GA2: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,25 ml der Cd-, sowie jeweils 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,2 ml der Zn-, 0,25 ml der K-, je 0,5 ml der Mg- und Pb-, 1 ml der Ba-, sowie je 5 ml der Al- und Fe-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,5 ml der Mn-, Na- und P-, sowie 2 ml der Ca-AAS-Standardlösung zugegeben. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 40 mg/l Ca.

Standardlösung GA3: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,375 ml der Cd- und 0,75 ml der Cu-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,25 ml der Ca-, 0,3 ml der Zn- und 2 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 1 ml der Mn-, Na-, P- und S-, je 2 ml der Al-, K- und Mg-, sowie 5 ml der Fe-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cu, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, Na, P und S, 40 mg/l Al und K, 100 mg/l Fe.

Standardlösung GA4: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden 0,125 ml der As-, je 0,25 ml der Na- und Mn- sowie 0,5 ml der Ti-ICP-Standardlösungen gegeben. Dazu kommen 0,05 ml der P-, 0,25 ml der S-, je 1 ml der K- und Mg-, 2 ml der Fe- sowie je 5 ml der Al- und Ca-AAS-Standardlösungen. Der Kolben wird mit 7,5 ml HNO₃ 65 % suprapur versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l As, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 40 mg/l Fe, 100 mg/l Al und Ca.

Standardlösung GA5: In einen 250 ml-PFA-Kolben werden je 0,75 ml der Co- und Ni- sowie 1 ml der Cr-Lösungen B gegeben. Dazu kommen 0,4 ml der Zn- und 4 ml der Ti-ICP-Standardlösungen. Des Weiteren werden je 0,25 ml der Ca-, Mn-, Na- und P sowie je 0,5 ml der Al-, Fe-, K- Mg- und S-AAS-Standardlösungen gegeben.

=> 300 µg/l Co und Ni, 400 µg/l Cr, 1600 µg/l Zn, 5 mg/l Ca, Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, Mg, K und S, 16 mg/l Ti.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP16.1	4

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S20.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Zn
GA1	400,0 µg/l Zn
GA2	800,0 µg/l Zn
GA3	1200,0 µg/l Zn
GA4	0,0 µg/l Zn
GA5	1600,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	500,0 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	DAN2.2Humus DANF1.1Boden DANF1.1Humus OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG1.1
Element: Wellenlänge: Plasmabeobachtung: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Zn 213.856 axial BG – OMG Blank GA1 GA2 GA3 GA5
<u>Bemerkungen:</u>	Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrundkorrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

Der Blank wird in 2%-iger HNO₃ angesetzt (7,5 ml HNO₃ 65 %, suprapur in 250 ml H₂O bidemin.)

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP16.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S20.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet. Königswasseraufschluss-Lösungen (OAKW) werden vor dem Messen mit einem Dilutor 1:5 verdünnt.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

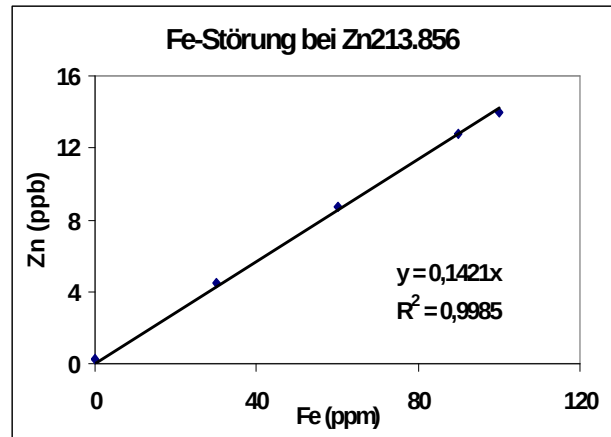
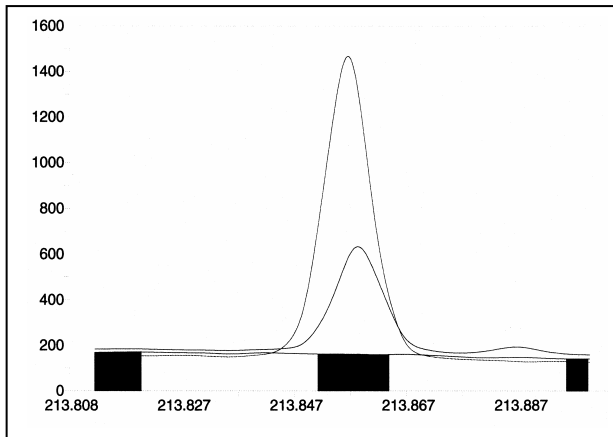
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Fe (150 ppm) Störung bei Zn213.856 (50 ppb)

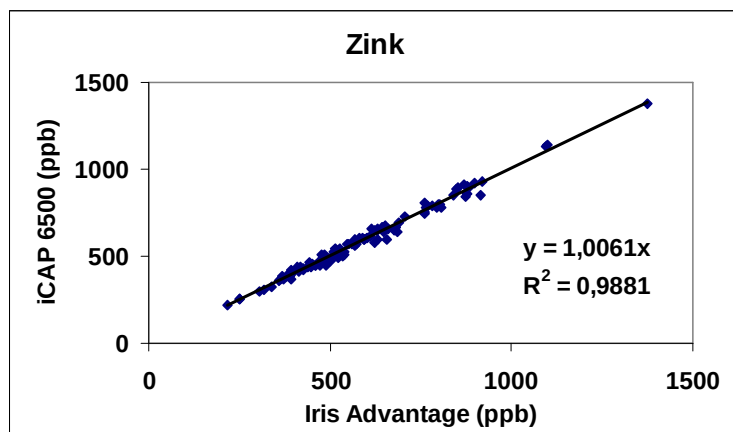
IEC-Faktorermittlung (Faktor = 0,1421)



Der Interelementkorrekturfaktor muss in regelmäßigen Abständen angepasst werden.

Gerätevergleich Iris Advantage / iCAP 6500:

Darstellung einer Vergleichsmessung der Methode ZnZngesICP8.1 und der hier beschriebenen Methode an der Königswasseraufschluss-Serie 2007H007.



Anhang Nr.

1

für

Zn

Znges

ICP(sim)

ZnZngesICP16.1

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP17.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2006

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
EXTEDTA1.1	1	3	7500

geeignet für:

Boden	EXTEDTA1.1
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.5.2
HFA-Code	D;4;1;2;-1;4;1

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000°C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

Störungen:

Das Element Eisen stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S21.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP3.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP17.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

Iris Advantage der Fa. Thermo Scientific, mit radialer Plasmafackel
 Zyklonmischkammer und Meinhard-Zerstäuber
 Injektorrohr 2 mm, für stark salzhaltige Lösungen
 Argonbefeuchter der Fa. Thermo Scientific
 Probengeber 222 XL der Fa. Gilson
 Rechner mit Software Teva

Chemikalien:

Na-EDTA (Titrplex III) ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$)

Lösungen:

0,1 m EDTA-Lösung: In einen 1 l-Kolben wird eine Ampulle Titrplex III gegeben und mit H_2O bidemin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa. B. Kraft) => 1 g/l Zn
 Cd, Co,Cr, Cu, Ni, Pb,Ti: ICP-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 1 g/l
 Al, Fe: AAS-Standards (Fa. B. Kraft) => jeweils 5 g/l

Standardlösungen:

Standardlösung EDTA 1: In einen 250 ml-Glaskolben werden 0,25 ml der Cd-, je 0,5 ml der Co-, Cr-, Cu- und Ni-, 1,25 ml der Zn- und 2,5 ml der Pb-ICP-Stammlösungen gegeben. Der Kolben wird mit 0,1 m EDTA-Lösung auf 250 ml aufgefüllt.
 => 1000 $\mu g/l$ Cd, 2000 $\mu g/l$ Co, Cr, Cu und Ni, 5000 $\mu g/l$ Zn, 10 000 $\mu g/l$ Pb.

Standardlösung EDTA 2: In einen 250 ml-Glaskolben werden 2,5 ml der Ti-ICP-Standardlösung gegeben. Dazu kommen je 2,5 ml der Al- und Fe-AAS-Standardlösungen.
 => 10 mg/l Ti, 50 mg/l Al und Fe.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP17.1	3

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S21.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Zn
EDTA 1	5000,0 µg/l Zn
EDTA 2	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K23	1000,0 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	EXTEDTA1.1
Element:	Zn
Wellenlänge:	213.856
Messbereich [µg/l]:	BG – OG
<u>Standards:</u>	Blank EDTA 1
<u>Bemerkungen:</u>	<u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pixelhöhe: 3 Pos. links: 1 Pixelanzahl:1 Pos. rechts: 21 Pixelanzahl:1

Der Blank wird in 0,1 m EDTA-Lösung angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP17.1	4

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP3.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S21.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K23; Messung nach der Eichung, alle 14 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 5 %.
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standard Solling 0-10, erlaubte Abweichung 10 %

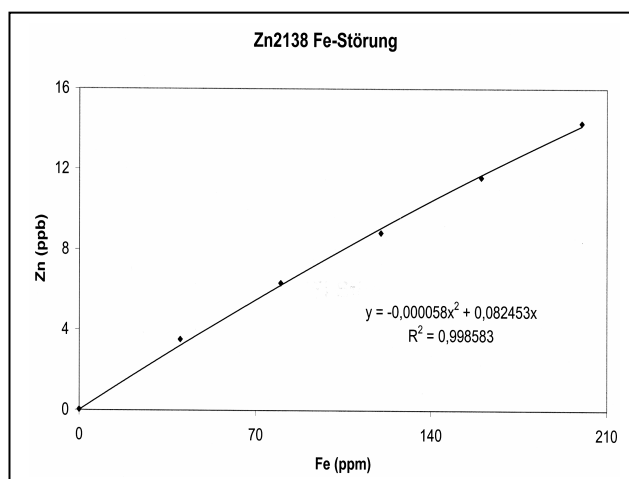
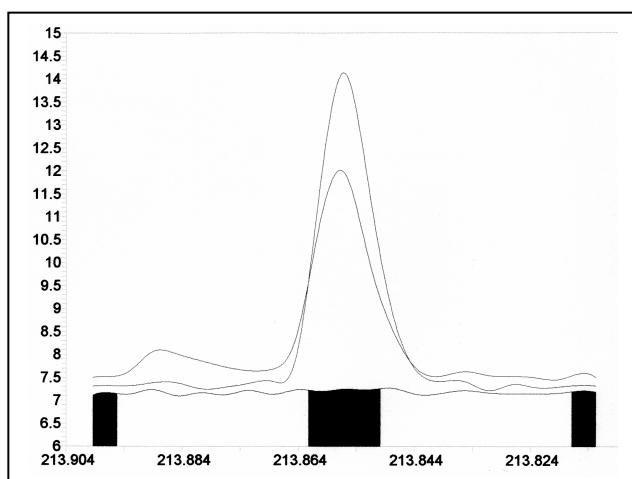
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörung und ihre Korrektur:

Fe (100 ppm) Störung bei Zn213.856 (20 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor k1 = 0,0824

Faktor k2 = -0,000058²)

Anhang Nr.

1

für

Zn

Znges

ICP(sim)

ZnZngesICP17.1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	1
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Datum: 01.12.1999

Geräteparameter für ICAP 61E Trace-Analyzer (Thermo Instruments), für die Methoden ANULUT, GBLUT, EXTUT und DANUT, sowie Tabelle der für die Grundeichung verwendeten Standardlösungen :

A: Geräteparameter ANULUT:

Method: ANULUT Method Report Wed 12-06-99 10:34:11 AM

STATUS INFORMATION

Version: 133.0

Date Created: 12/01/99 09:15

Date Last Updated: 12/02/99 12:27

Number of elements: 13

Number of lines: 17

of lines calibrated: 2

12/01/99

11:27 - 12/13/99

07:24

of lines standardized: 16

12/02/99

11:09 - 12/21/99

11:09

Data collection mode: Spectrum Shifter <5 positions>

Approx. time for analysis

4.8 mins.

Protection Status:

Un-protected

METHOD INFORMATION

Sample Introduction Device:

Normal

Calibration Mode:

Concentration

Default Setup:

Number of Repeats: 4

Auto-Store Analysis Data?

Yes

Flush Time (sec): 90.0

Auto-store Stdzn Data?

No

Auto-Increment Sample Names? Yes

Store Individual Repeats?

Yes

Auto-print Analysis Data?

Yes

Auto-print Stdzn Report:

None

Condensed Print Format?

Yes

Default File Names:

Analysis Data File : WO0A99

Autosampler Table

:WO0A99

Sample Limits Table

:LCTAB

Calibration Data File : ICPUT

Blank Limits Table

:BLCTAB

Calibration Stds Table : ICPUT

QC Check Table

:K21

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	2
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

PLASMA INFORMATION

Gas Flow

Torch gas : High Flow
 Auxiliary gas flow : Low (.5 L/min)
 Nebulizer Press. (PSI) : 30

Power

Approximate RF Power (W) : 1150

Peristaltic Pump Parameters

Analysis Pump Rate (RPM): 100
 Flush Pump Rate (RPM): 100
 Relaxation time (sec): 0
 Pump Tubing type : Tygon-Orange

INTERNAL STANDARDS INFORMATION

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
1	None		0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
2	None		0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
3	Y	360.063	0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .00066
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): SpecShift

High Offset: 0

Low Offset: -22

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
4	Y	360.063	0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
5	Y	360.063	0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .00066
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	3
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Bkg Mtd (-): SpecShift

High Offset: 0

Low Offset: -11

#	Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
6	Y		360.063	0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

#	Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
7	None			0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .00066

Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): SpecShift

High Offset: 17

Low Offset: 0

Element: Cd(a) Wavelength: 228.802/2

Element Name:	Cd228			
Timing Group No.:	6	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 11	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -11	Conc	: 0
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	As189	-.0159	0	Yes
02	Mnges	-.0041	0	Yes
02	Feges	0.0033	0	Yes

Element: Cd(b) Wavelength: 228.802/2

Element Name:	Cd229			
Timing Group No.:	5	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -11	Conc	: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	4
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Use IECs ? Yes

Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01 Co228	-.0004	0	Yes
02 Cu324	-.0007	0	Yes
03 Feges	-.0133	0	Yes

Element: Cu Wavelength: 324.754

Element Name: Cu324
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal : 706,281

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Calib. Signal : 4.689

Standardization Coefficients

(S1IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -2.21651

Slope (mI): 1.88752

Date Stdized: 12/07/99 01:55

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C-n + A2*C-2n

Offset (AO): 4.00173

Gain (A1): 8.13954

Curvature (A2): .008659

Exponent (n): .95

Max Inflection: NONE

Date of Fit: 12/04/99 09:12

Element: Cr Wavelength: 205.550/2

Element Name: Cr205
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 20

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	5
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Element: Pb Wavelength: 220.351

Element Name: Pb/1
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 11 Low Offset: -8 Conc : 200

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Element: Pb Wavelength: 220.352/2

Element Name: Pb/2
Timing Group No.: 4 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 17 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: -11 Low Offset: 0 Conc: 200

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Element: Pb gesamt Wavelength: 220.353

Element Name: Pb220
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name : -
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 0

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : NONE
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	0.0873	0	Yes
02	Alges	-.1253	0	Yes
03	Pb/1	-.5656	0	Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	6
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

04	Pb/2	-.4344	0	Yes
05	Ti330	0.1045	0	Yes
06	Mnges	0.1	0	Yes

Element: Co Wavelength: 228.616

Element Name:	Co228			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -22	Conc	: 100
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Use IECs ? Yes

Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01 Feges	0.007	0	Yes
02 Ti330	1.9078	0	Yes
03 Ba493	0.126	0	Yes

Element: Ni Wavelength: 231.604/2

Element Name:	Ni231			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): Specshift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -24	Conc	: 100
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: Ppb	Conc	: 0

Element: As Wavelength: 189.042/2

Element Name:	As189			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc	: 100
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	7
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Zn Wavelength: 213.856/2

Element Name: Zn213

Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt Calib
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Calib. Signal	: 2045.04
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Calib. Signal	: 1.4766

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -3.00783

Slope (m): 1.93447

Date Stdized: 12/12/99 12:22

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*Cⁿ + A2*C²ⁿ

Offset (AO): 1.7748

Gain (A1): 4.32712

Curvature (A2): -.000485

Exponent (n): 1

Max Inflection: 4460.71

Date of Fit: 12/11/99 11:27

Use IECs ? Yes

Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01 Feges	0.08	0	Yes
02 Ni231	0.0032	0	Yes

Element: Fe Wavelength: 259.940

Element Name: Feges

Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				

Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc	: 2

Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-10	Print Units: ppm	Conc	: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	8
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Fe Wavelength: 271.441

Element Name: Feges
Timing Group NO.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 2.5 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : ICPUT5
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 2

Element: Mn Wavelength: 257.610

Element Name: Mnges
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal : 2758.62
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Calib. Signal : .02826

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -.705695

Slope (m): 1.58183

Date Stdized: 11/12/99 12:22

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*Cⁿ + A2*C²ⁿ

Offset (AO): -20.8858

Gain (A1): 1242.02

Curvature (A2): -36.3236

Exponent (n): .95

Max Inflection: 19.8519

Element: Mn Wavelength: 293.306

Element Name: Mnges
Timing Group No.: 5 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 10 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT8
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc : 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low StdName : ICPUT5
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 2.5

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	9
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Al Wavelength: 308.215

Element Name: Alges
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 2

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Element: Al Wavelength: 237.313

Element Name: Alges
Timing Group No.: 5 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 2.5 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT8
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc : 20

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

b: Geräteparameter DANUT, GBLUT und EXTUT:

STATUS INFORMATION

Version: 133.0

Date Created: 12/01/99 09:15

Date Last Updated: 12/02/99 12:27

Number of elements: 13

Number of lines: 17

of lines calibrated: 2

12/01/99

11:27 - 12/13/99

07:24

of lines standardized: 16

12/02/99

11:09 - 12/21/99

11:09

Data collection mode: Spectrum Shifter <5 positions>

Approx. time for analysis

4.8 mins.

Protection Status: Un-protected

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	10
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

METHOD INFORMATION

Sample Introduction Device: Normal
Calibration Mode: Concentration

Default Setup:

Number of Repeats :	4	Auto-Store Analysis Data?	Yes
Flush Time (sec) :	90.0	Auto-store Stdzn Data?	No
Auto-Increment Sample Names?	Yes	Store Individual Repeats?	Yes
		Auto-print Analysis Data?	Yes
		Auto-print Stdzn Report :	None
		Condensed Print Format?	Yes

Default File Names:

Analysis Data File	: WO0A99	Autosampler Table	:WO0A99
		Sample Limits Table	:LCTAB
Calibration Data File	: ICPUT	Blank Limits Table	:BLCTAB
Calibration Stds Table	: ICPUT	QC Check Table	:K21

PLASMA INFORMATION

Gas Flow
Torch gas : High Flow
Auxiliary gas flow : Low (.5 L/min)
Nebulizer Press. (PSI) : 30

Power
Approximate RF Power (W) : 1150

Peristaltic Pump Parameters
Analysis Pump Rate (RPM): 100
Flush Pump Rate (RPM): 100
Relaxation time (sec): 0
Pump Tubing type : Tygon-Orange

INTERNAL STANDARDS INFORMATION

#	Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
1	None		0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	11
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

#Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
2	None		0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
3	Y	360.063	0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .00066

Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): Specshift

High Offset: 0

Low Offset: -22

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
4	Y	360.063	0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
5	Y	360.063	0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .00066

Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): Specshift

High Offset: 0

Low Offset: -11

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
6	Y	360.063	0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

# Elem	Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
7	None		0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .00066

Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): Specshift

High Offset: 17

Low Offset: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	12
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Cd(a) Wavelength: 228.802/2

Element Name: Cd228
Timing Group No.: 6 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 11 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc : 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	As189	-.013	0	Yes
02	Mnges	-.0041	0	Yes
03	Feges	0.0033	0	Yes

Element: Cd(b) Wavelength: 228.802/2

Element Name: Cd229
Timing Group No.: 5 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc : 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Co228	-.0004	0	Yes
02	Cu324	-.0007	0	Yes
03	Feges	-.0133	0	Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	13
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Cu Wavelength: 324.754

Element Name:	Cu324			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt Calib
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Calib Signal	: 706.281
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Calib Signal	: 4.68961

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -2.21651

Slope (mI): 1.88752

Date Stdized: 12/07/00 01:55

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C-n + A2*C-2n

Offset (AO): 4.00173

Gain (A1): 8.13954

Curvature (A2): .008659

Exponent (n): .95

Max Inflection. NONE

Date of Fit: 12/04/00 09:12

Element: Cr Wavelength: 205.550/2

Element Name:	Cr205			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc	: 20
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Element: Pb Wavelength: 220.351

Element Name:	Pb/1			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	11	Low Offset: -8	Conc	: 200
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	14
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Pb Wavelength: 220.352/2

Element Name: Pb/2
Timing Group No.: 7 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 17 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: -11 Low Offset: 0 Conc : 200
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Element: Pb gesamt Wavelength: 220.353

Element Name: Pb220
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name :
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 0
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : NONE
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Use IECs ? Yes

Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01 Feges	0.0873	0	Yes
02 Alges	0.1253	0	Yes
03 Pb/1	-.5656	0	Yes
04 Pb/2	-.4344	0	Yes
05 Ti330	0.1045	0	Yes
06 Mnges	0.1	0	Yes

Element: Co Wavelength: 228.616

Element Name: Co228
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -22 Conc : 100
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc : 0

Use IECs ? Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	15
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01 Feges	0.0039	0	Yes
02 Ti330	1.9587	0	Yes

Element: Ni Wavelength: 231.604/2

Element Name:	Ni231			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -22	Conc	: 100
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Element: As Wavelength: 189.042/2

Element Name:	As189			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt
Uncal				
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc	: 100
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc	: 0

Element: Zn Wavelength: 213.856/2

Element Name:	Zn213			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method	: 2-pt Calib
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name	: ICPUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Calib. Signal	: 2045.04
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name	: Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Calib. Signal	: 1.47666

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -3.00783

Slope (m): 1.93447

Date Stdized: 11/12/99 12:22

Calibration Coefficients

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	16
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

(S)IR = AO + A1*C^n + A2*C^2n

Offset (AO): 1.7748

Gain (A1): 4.32712

Curvature (A2): -.000485

Exponent (n): 1

Max Inflection 4460.71

Date of Fit: 12/11/99 11:27

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	0.08	0	Yes
02	Ni231	0.0032	0	Yes

Element: Fe Wavelength: 259.940

Element Name: Feges

Timing Group No.: 3 EKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method :2-pt Uncal

Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : IPUT5

Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 100

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Element: Fe Wavelength: 271.441

Element Name: Feges

Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal

Line Switch Conc: 2.5 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8

Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 20

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : ICPUT5

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 2

Element: Mn Wavelength: 257.610

Element Name: Mnges

Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt Calib

Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5

Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal : 2758.62

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Calib. Signal : .02826

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	17
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -.705695

Slope (m): 1.58183

Date Stdized: 11/12/99 12:22

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C^n + A2*C^2n

Offset (AO): -20.8858

Gain (A1): 1242.02

Curvature (A2): -36.3236

Exponent (n): .95

Max Inflection 19.8519

Date of Fit: 12/06/99 10:49

Element: Mn Wavelength: 293.306

Element Name: Mnges

Timing Group No.: 5 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt

Uncal

Line Switch Conc: 10 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT8

Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc : 20

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : ICPUT5

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 2.5

Use IECs ? Yes

Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01 Ti330	0.1466	0	Yes
01 Feges	0.0019	0	Yes

Element: Mg Wavelength: 285.210

Element Name: Mgges

Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt

Uncal

Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5

Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 2

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	18
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Element: Mg Wavelength: 277.983

Element Name: Mgges
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 2.5 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 10
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : ICPUT5
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 2

Element: Al Wavelength: 308.215

Element Name: Alges
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 2
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Element: Al Wavelength: 237.313

Element Name: Alges
Timing Group No.: 5 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt
Uncal
Line Switch Conc: 2.5 High Offset: 0 High Std Name : ICPUT8
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc : 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Element: Ca Wavelength: 315.887

Element Name: Ca315
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal : 3618.84
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Calib. Signal : .12012

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	19
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -.167493

Slope (m): 1.66532

Date Stdized: 11/12/99 12:22

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C^n + A2*C^2n

Offset (AO): -.152244

Gain (A1): 96.9645

Curvature (A2): -.080558

Exponent (n): .99

Max Inflection 642.021

Date of Fit: 12/11/99 11:31

Element: P Wavelength: 178.287/2

Element Name: P_178

Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt

Uncal

Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8

Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 10

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Element: S Wavelength: 182.040

Element Name: S_182

Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt

Uncal

Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8

Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc : 10

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Element: Ti Wavelength: 330.232

Element Name: Ti330

Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method : 2-pt

Uncal

Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name : ICPUT8

Peak SS Offset: -16 Low Offset: 0 Conc : 20

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name : Blank

Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc : 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S6.3	für	M	Mges	ICP(sim)/USN	MMgesICP2.3	20
M = Cd, Co, Mn, Pb, Zn						

c: Tabelle der für die Grundeichung verwendeten Standardlösungen:

Element	Cu	Zn	Mn	Ca
Linie	3248	2138	2576	3158
Standard	µg/l	µg/l	mg/l	mg/l
Blank	0	0	0	0
ICPUT1	5	25	0,1	1
ICPUT2	10	50	0,5	2,5
ICPUT3	25	125	1	5
ICPUT4	50	250	2	7,5
ICPUT5	100	500	2,5	10
ICPUT6	150	750	5	20
ICPUT7	200	1000	10	30
ICPUT8	250	1250	--	40

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S9.3	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.1	1
M = K, Na						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP6.1	
M = Ca, Mg						

Datum: 01.07.2000

Geräteparameter für ICAP 61E Trace-Analyzer (Thermo Instruments) für die Methode AKT :

STATUS INFORMATION

Version: 154.0

Date Created: 08/22/96 09:15

Date Last Updated: 11/14/00 11:06

Number of elements: 4

Number of lines: 4

of lines calibrated: 0

of lines standardized: 4

11/22/00 10:42 - 11/22/00 10:42

Data collection mode: Spectrum Shifter <4 positions>

Approx. time for analysis

3.3 mins.

Protection status: Un-protected

METHOD INFORMATION

Sample Introduction Device:

Normal

Calibration Mode:

Concentration

Default Setup:

Number of Repeats : 4

Flush Time (sec) : 120.0

Auto-Increment Sample Names? Yes

Auto-store Analysis Data?

Yes

Auto-store Stdzn Data?

No

Store Individual Repeats?

Yes

Auto-print Analysis Data?

Yes

Auto-print Stdzn Report :

None

Condensed Print Format?

Yes

Default File Names:

Analysis Data File : BO8K00

Autosampler Table : B08K00

Sample Limits Table : LCTAB

Calibration Data File : AKT

Blank Limits Table : BLCTAB

Calibration Stds Table : AKT

QC Check Table : K5

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S9.3	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.1	2
M = K, Na						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP6.1	
M = Ca, Mg						

PLASMA INFORMATION

Gas Flow

Torch gas : High Flow
 Auxiliary gas flow : Low (.5 L/min)
 Nebulizer Press. (PSI) : 32

Power

Approximate RF Power (W) : 1350

Peristaltic Pump Parameters

Analysis Pump Rate (RPM): 100
 Flush Pump Rate (RPM): 100
 Relaxation time (sec): 0
 Pump Tubing type : Tygon-Orange

INTERNAL STANDARDS INFORMATION

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
1 None		0	5.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
2 Y	360.063	0	5.0	No

Ratio Constant,/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
3 Y	360.063	0	5.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
4 Y	360.063	0	5.0	No

Ratio Constant,/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
5 Y	360.063	0	5.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
6 Y	360.063	0	5.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Element: Mg Wavelength: 285.210

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S9.3	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.1	3
M = K, Na						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP6.1	
M = Ca, Mg						

Element Name: Mg285
 Timing Group No.: 1 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
 Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: AKT2
 Peak SS Offset: 0 Low Offset: -24 Conc: 20

 Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
 Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: Ca Wavelength: 315.887

Element Name: Ca315
 Timing Group No.: 1 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
 Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: AKT2
 Peak SS Offset: 0 Low Offset: -13 Conc: 50

 Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
 Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: Na Wavelength: 588.995

Element Name: Na588
 Timing Group No.: 1 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
 Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: AKT2
 Peak SS Offset: 11 Low Offset: -24 Conc: 10

 Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
 Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: K Wavelength: 766.491

Element Name: K 766
 Timing Group No.: 1 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
 Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: AKT2
 Peak SS Offset: 11 Low Offset: -13 Conc: 20

 Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
 Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Sammelanhang
S9.3

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.1	4
M = K, Na				
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP6.1	
M = Ca, Mg				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	1
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Datum: 1.12.1999

Geräteparameter für ICAP 61E Trace-Analyzer (Thermo Instruments) für die Methoden KWUT, GAUT und DANHUT, sowie Tabelle der für die Grundeichung verwendeten Standardlösungen :

a. Geräteparameter KWUT, GAUT und DANHUT:

STATUS INFORMATION

Version: 152.0

Date Created: 12/22/96 09:15

Date Last Updated: 12/23/99 06:48

Number of elements: 19

Number of lines: 23

of lines calibrated: 5

12/30/98 08:51 - 03/09/99 12:04

of lines standardized: 20

03/09/99 03:45 - 03/30/99 11:21

Data collection mode: Spectrum Shifter <6 positions>

Approx. time for analysis

5.5 mins.

Protection status: Un-protected

METHOD INFORMATION

Sample Introduction Device:

Normal

Calibration Mode:

Concentration

Default Setup:

Number of Repeats : 4

Auto-store Analysis Data? Yes

Flush Time (sec) : 90.0

Auto-store Stdzn Data? No

Auto-Increment Sample Names? Yes

Store Individual Repeats? Yes

Auto-print Analysis Data? Yes

Auto-print Stdzn Report : None

Condensed Print Format? Yes

Default File Names:

Analysis Data File : BR02A99

Autosampler Table : BR02A99

Sample Limits Table : LCTAB

Calibration Data File : GAUT

Blank Limits Table : BLCTAB

Calibration Stds Table : HUGAKWUT

QC Check Table : K22

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	2
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

PLASMA INFORMATION

Gas Flow

Torch gas: High Flow
 Auxiliary gas flow: Low (.5 L/min)
 Nebulizer Press. (PSI): 30

Power

Approximate RF Power (W): 1150

Peristaltic Pump Parameters

Analysis Pump Rate (RPM): 100
 Flush Pump Rate (RPM): 100
 Relaxation time (sec): 0
 Pump Tubing type: Tygon-Orange

INTERNAL STANDARDS INFORMATION

Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
1	None	0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
2	None	0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
3 Y	360.063	0	10.0	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .000015
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): SpecShift

High Offset: 0

Low Offset: -22

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	3
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
4 Y 360.063 0 10.0 No
Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
5 Y 360.063 0 10.0 Yes
Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .000015
Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): SpecShift
High Offset: 0
Low Offset: -11

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
6 Y 360.063 0 10.0 No
Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
7 Y 360.063 0 10.0 Yes
Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .000015
Internal Standard Spectrum Shifter Peak offset: 0

Bkg Mtd (-): SpecShift
High Offset: 17
Low Offset: 0

Element: Cd(a) Wavelength: 228.802/2

Element Name: Cd228
Timing Group No.: 5 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 11 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc: 50

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	As189	-.0159	0	Yes
02	Mnges	-.0041	0	Yes
03	Feges	0.0033	0	Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	4
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Cd(b) Wavelength: 228.802/2

Element Name: Cd229
Timing Group No.: 5 EKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc: 50

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Co228	-.0004	0	Yes
02	Cu324	-.0007	0	Yes
03	Feges	-.0133	0	Yes

Element: Pb Wavelength: 220.351

Element Name: Pb/1
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 11 Low Offset: -8 Conc: 3000

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -1000 Print Units: ppb Conc: 0

Element: Pb Wavelength: 220.352/2

Element Name: Pb/2
Timing Group No.: 7 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 17 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: -11 Low Offset: 0 Conc: 3000

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -1000 Print Units: ppb Conc: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	5
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Pb gesamt Wavelength: 220.353

Element Name: Pb220
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: -
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 0

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: NONE
Print Limit Low: -1000 Print Units: ppb Conc: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	0.0873	0	Yes
02	A1308	0.1253	0	Yes
03	Pb/1	-.5656	0	Yes
04	Pb/2	-.4344	0	Yes
05	Ti330	0.1045	0	Yes
05	Mnges	0.1	0	Yes

Element: Co Wavelength: 228.616

Element Name: Co228
Timing Group No.: 3 EKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -22 Conc: 200

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	0.007	0	Yes
02	Ti330	1.9078	0	Yes
03	Ba493	0.126	0	Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	6
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Cu Wavelength: 324.754

Element Name: Cu324
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal: 2599.11

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Calib. Signal: 5.23173

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -3.91332

Slope (m): .913535

Date Stdized: 12/30/99 11:21

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C^n + A2*C^2n

Offset (AO): 6.76994

Gain (A1): 5.12545

Curvature (A2): -.000956

Exponent (n): 1.02

Max Inflection: 2295.22

Date of Fit: 12/30/99 08:51

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	.0096	0	Yes

Element: Ni Wavelength: 231.604/2

Element Name: Ni231
Timing Group No.: 3 EKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 0 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -22 Conc: 500

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	7
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Zn Wavelength: 213.856/2

Element Name: Zn213
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal: 4474.14

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Calib. Signal: .574411

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -.40483

Slope (m): .888804

Date Stdized: 03/30/99 11:21

Calibration coefficients

(S)IR = AO + A1*C^n + A2*C^2n

Offset (AO): .770184

Gain (A1): 2.20545

Curvature (A2): -.000238

Exponent (n): 1

Max Inflection 4637.98

Date of Fit: 01/20/99 08:48

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	0.08	0	Yes
02	Ni231	0.0032	0	Yes

Element: Cr Wavelength: 205.550/2

Element Name: Cr205
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 500

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	8
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Fe Wavelength: 259.940

Element Name: Feges

Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name:	GAUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc:	10

Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-10	Print Units: ppm	Conc:	0

Element: Fe Wavelength: 271.441

Element Name: Feges

Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	10	High Offset: 24	High Std Name:	HUGAKWUT7
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc:	50

Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-10	Print Units: ppm	Conc:	0

Element: Mn Wavelength: 257.610

Element Name: Mnges

Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Calib
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name:	GAUT5
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Calib. Signal:	5685.21

Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-10	Print Units: ppm	Calib. Signal:	.041008

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -.021716

Slope (m): .876382

Date Stdized: 12/30/99 11:21

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C^n + A2*C^2n

Offset (AO): 25.5937

Gain (A1): 831.017

Curvature (A2): -26.6799

Exponent (n): 1

Max Inflection: 15.5738

Date of Fit: 01/05/99 02:13

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	9
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Mn Wavelength: 293.306

Element Name: Mnges
Timing Group No.: 5 EKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 10 High Offset: 0 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc: 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: GAUT5
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 10

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Ti330	0.1466	0	Yes
02	Feges	0.0019	0	Yes

Element: Mg Wavelength: 285.210

Element Name: Mg285
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal: 139671
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Calib. Signal: -1.8655

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): .482349

Slope (m): .865135

Date Stdized: 03/30/99 11:21

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C-n + A2*C-2n

Offset (AO): 137.099

Gain (A1): 9718.33

Curvature (A2): -138.739

Exponent (n): 1

Max Inflection 35.0237

Date of Fit: 03/09/99 12:03

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	10
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: Ca Wavelength: 315.887

Element Name: Ca315
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Calib
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Calib. Signal: 3230.78

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Calib. Signal: 1.30838

Standardization Coefficients

(S)IR = m(IR) + b (2-pt calibrated)

Y-intercept (b): -.059194

Slope (m): .972411

Date Stdized: 12/30/99 11:21

Calibration Coefficients

(S)IR = AO + A1*C-n + A2*C"2n

Offset (AO): 2.42156

Gain (A1): 68.8754

Curvature (A2): -.090589

Exponent (n): 1

Max Inflection: 380.155

Date of Fit: 12/09/99 12:04

Element: A1 Wavelength: 308.215

Element Name: A1308
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): Specshift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 50

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: P Wavelength: 178.287/2

Element Name: P_178
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 5

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	11
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: S Wavelength: 182.040

Element Name: S_182
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 10
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: Ti Wavelength: 330.232

Element Name: Ti330
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
Peak SS Offset: -16 Low Offset: 0 Conc: 20
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Feges	-.0113	0	Yes

Element: Ba Wavelength: 493.409

Element Name: Ba4934
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: GAUT5
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 10
Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S10.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP5.2	12
M = Mn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP3.2	
M = Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn						
		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP2.2	
M = Ti						

Element: As Wavelength: 189.042/2

Element Name: As189
 Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
 Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: HUGAKWUT7
 Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 500

 Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
 Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

b: Tabelle der für die Grundeichung verwendeten Standardlösungen:

Element	Cu	Zn	Mn	Mg	Ca
Linie	3247	2138	2576	2852	3158
Standard	µg/l	µg/l	mg/l	mg/l	mg/l
Blank	0	0	0	0	0
GAUT1	100	200	1	---	---
GAUT2	200	500	2,5	---	---
GAUT3	300	1000	5	---	---
GAUT4	400	2000	7,5	---	---
GAUT5	500	3000	10	---	---
ICPUT6	750	---	20	---	---
HUGAKWUT1	---	---	---	0,5	2
HUGAKWUT2	---	---	---	1	5
HUGAKWUT3	---	---	---	2	10
HUGAKWUT4	---	---	---	5	20
HUGAKWUT5	---	---	---	10	30
HUGAKWUT6	---	---	---	15	40
HUGAKWUT7	---	---	---	20	50

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	1
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Datum: 01.11.2000

Geräteparameter für ICAP 61E Trace-Analyzer (Thermo Instruments) für die Methode EDTA :

STATUS INFORMATION

Version: 158.0

Date Created: 08/22/96 09:15

Date Last Updated: 01/03/01 12:26

Number of elements: 16

Number of lines: 17

of lines calibrated: 0

of lines standardized: 16

12/11/00 08:40 - 12/11/00 08:40

Data collection mode: Spectrum Shifter <7 positions>

Approx. time for analysis

4.0 mins.

Protection status: Un-protected

METHOD INFORMATION

Sample Introduction Device:

Normal

Calibration Mode:

Concentration

Default Setup:

Number of Repeats: 4

Flush Time (sec): 30.0

Auto-Increment Sample Names ? Yes

Auto-Store Analysis Data ?

Yes

Auto-Store Stdzn Data ?

No

Store Individual Repeats ?

Yes

Auto-print Analysis Data ?

Yes

Auto-print Stdzn Report :

None

Condensed Print Format ?

Yes

Default File Names:

Analysis Data File : B16A00

Autosampler Table:

B16A00

Sample Limits Table:

LCTAB

Calibration Data File : GAUT

Blank Limits Table:

BLCTAB

Calibration Stds Table : HUGAKWUT

QC Check Table:

K23

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	2
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

PLASMA INFORMATION

Gas Flow

Torch gas : High Flow
 Auxiliary gas flow : Medium (1.0 L/min)
 Nebulizer Press. (PSI) : 22

Power

Approximate RF Power (W): 1350

Peristaltic Pump Parameters

Analysis Pump Rate (RPM): 120
 Flush Pump Rate (RPM): 200
 Relaxation time (sec): 30
 Pump Tubing type : Tygon-Orange

INTERNAL STANDARDS INFORMATION

Elem Symbol	Wavelength	Pre-Integration	Integration	Used?
1 None		0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
2 None		0	10.0	No

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
3 Y	360.063	0	7.5	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .001
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak Offset: 0

Bkg Mtd (-):
 SpecShift
 High Offset: 0
 Low Offset: -22

Elem Symbol	Wavelength	Pre-integration	Integration	Used?
4 Y	360.063	0	7.5	Yes

Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .001
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak Offset: 0

Bkg Mtd (-):
 SpecShift
 High Offset: 11
 Low Offset: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	3
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
 5 Y 360.063 0 7.5 Yes
 Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .001
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak Offset: 0

Bkg Mtd (-):
 SpecShift
 High Offset: 0
 Low Offset: -11

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
 6 Y 360.063 0 7.5 Yes
 Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: .001
 Internal Standard Spectrum Shifter Peak Offset: 0

Bkg Mtd (-):
 SpecShift
 High Offset: 11
 Low Offset: -11

Elem Symbol Wavelength Pre-integration Integration Used?
 7 None 0 10.0 No
 Ratio Constant/Intensity Multiplication Factor: 1

Element: Cd Wavelength: 228.802/2

Element Name: Cd228
 Timing Group No.: 6 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
 Line Switch Conc: 0 High Offset: 11 High Std Name: EDTA 1
 Peak SS Offset: 0 Low Offset: -11 Conc: 1000

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
 Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	As189	-.0209	0	Yes
02	Fe2714	.01	0	Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	4
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Element: Pb Wavelength: 220.351

Element Name:	Pb,/1			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	11	Low Offset: -8	Conc:	10000
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-1000	Print Units: ppb	Conc:	0

Element: Pb Wavelength: 220.352/2

Element Name:	Pb/2			
Timing Group No.:	4	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 17	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	-11	Low Offset: 0	Conc:	10000
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-1000	Print Units: ppb	Conc:	0

Element: Pb gesamt Wavelength: 220.353

Element Name:	Pb220			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name:	
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc:	0
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	NONE
Print Limit Low:	-1000	Print Units: ppb	Conc:	0

Use IECS ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Fe2714	0.0543	0	Yes
02	A1308	0.1109	0	Yes
03	Pb/1	-.5656	0	Yes
04	Pb/2	-.4344	0	Yes

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	5
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Element: Cu Wavelength: 324.754

Element Name:	Cu324			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc:	1000
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc:	0

Element: Co Wavelength: 228.616

Element Name:	Co228			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -22	Conc:	1000
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc:	0

Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Fe2714	0.004	0	Yes
02	Ti213	1.9941	0	Yes
03	Ba4934	0.126	0	Yes

Element: Cr Wavelength: 205.550/2

Element Name:	Cr205			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc:	1000
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc:	0

Element: Ni Wavelength: 231.604/2

Element Name:	Ni231			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 0	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	0	Low Offset: -22	Conc:	1000
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-100	Print Units: ppb	Conc:	0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	6
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Element: Zn Wavelength: 213.856,/2

Element Name: Zn213
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: EDTA 1
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 2000

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0
Use IECs ? Yes

	Affecting Element Name	k1 Factor	k2 Factor	Use?
01	Fe2714	.074	0	Yes
02	Ni231	.0032	0	Yes

Element: Fe Wavelength: 271.441

Element Name: Fe2714
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: EDTA 2
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 20

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: Al Wavelength: 308.215

Element Name: Al1308
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: EDTA 2
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 20

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -10 Print Units: ppm Conc: 0

Element: As Wavelength: 189.042/2

Element Name: As189
Timing Group No.: 3 BKG Mtd (-): SpecShift Stdzn Method: 2-pt Uncal
Line Switch Conc: 0 High Offset: 24 High Std Name: EDTA 2
Peak SS Offset: 0 Low Offset: 0 Conc: 400

Print Limit High: 0 Signif Figs: 4 Low Std Name: Blank
Print Limit Low: -100 Print Units: ppb Conc: 0

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S12.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	7
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Element: Ba Wavelength: 493.409

Element Name:	Ba4934			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name:	EDTA 1
Peak SS Offset:	0	Low Offset: 0	Conc:	2
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-10	Print Units: ppm	Conc:	0

Element: Ti Wavelength: 213.856/2

Element Name:	Ti213			
Timing Group No.:	3	BKG Mtd (-): SpecShift	Stdzn Method:	2-pt Uncal
Line Switch Conc:	0	High Offset: 24	High Std Name:	EDTA 2
Peak SS Offset:	-22	Low Offset: 0	Conc:	20
Print Limit High:	0	Signif Figs: 4	Low Std Name:	Blank
Print Limit Low:	-10	Print Units: ppm	Conc:	0

Sammelanhang
S12.1

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP4.1	8
M = As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.1	1
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methoden ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1Pflanze, DAN2.2Pflanze, KOMPAL1.1

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 90 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 20	Concentration
High WL Range: 10	

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm): 100	1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 100	1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 0	
Pump Tubing Type: Tygon-Orange	
RF Power: 1150 W	
Nebulizer Flow: 31.0 PSI	
Auxiliary Gas: 0.5 lpm	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.1	2
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P						

Sequence Automation

Initial Actions			Global QC Properties		
	Operation	Failure Action	Number of failed lines to fail a QC sample 1		
1	Standardize	None			
2	K1	None	Maximum QC visits per tube location 5		
Add Action			☒ Restandardize QC failed lines only ☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence		
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure					
Continuing Actions			☐ Sound alarm on 1st QC failure sec ☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec		
	Operation	Freq	Failure Action		
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC		
Add Action					
End Actions			Autosampler		
	Operation	Failure Action	Standard rinse time 1 sec		
1	K1	None	☒ Sipper step ahead Step ahead-time 25 sec		
Add Action					
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?					

Internal Standard

[illegible]

Sammelanhang	für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.1		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.1	4
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Al 308.215 {109}	21	3	9	3	☒	1	2	☒	18	2
Ca 317.933 {105}	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Fe 259.940 {129}	21	3	9	4	☒	6	2	☐	16	1
K 766.490 {44}	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
Mg 279.074 {120}	21	3	9	3	☒	1	1	☒	15	2
Mg 285.213 {117}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mn 260.569 {129}	21	3	9	4	☒	1	2	☒	21	1
Mn 293.306 {114}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	20	2
Na 589.592 {57}	21	3	9	4	☒	5	2	☒	17	2
P 213.618 {157}	21	3	10	3	☒	6	1	☒	19	1
S 182.034 {184}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	6	3	☒	1	2	☒	14	2
Sc 363.075 {92}	21	3	9	4	☒	4	2	☒	17	2

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.1	5
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P						

Element Standards Report

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards																			
	Blank*		HE10*		HE20*		Na2		Na4		Na6		Na8		Na10		Na12		Na14	
	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con
Al 308.215 {109}	☒	0	☐		☒	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Ca 317.933 {105}	☒	0	☐		☒	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Fe 259.940 {129}	☒	0	☒	10	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
K 766.490 {44}	☒	0	☒	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 279.074 {120}	☐	0	☒	10	☒	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 285.213 {117}	☒		☒		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 260.569 {129}	☒	0	☒	5	☐	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 293.306 {114}	☒		☐		☒		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Na 589.592 {57}	☒	0	☒	20	☐		☒	2	☒	4	☒	6	☒	8	☒	10	☒	12	☒	14
P 213.618 {157}	☒	0	☒	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
S 182.034 {184}	☒	0	☒	20	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Sc 363.075 {92}	☒		☒		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards													
	Na16		Na18		Na22		Na24		Na26		Na28		Na30	
	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con
Al 308.215 {109}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Ca 317.933	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Fe 259.940 {129}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
K 766.490 {44}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 279.074	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 285.213	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 260.569	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 293.306	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Na 589.592 {57}	☒	16	☒	18	☒	22	☒	24	☒	26	☒	28	☒	30
P 213.618 {157}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
S 182.034 {184}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Sc 255.237 {132}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Sc 363.075 {92}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Sammelanhang
S13.1

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.1	6
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.2 MMgesICP10.2	1
MMgesICP7.2 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P MMgesICP10.2 = S						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methoden ANULL, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1Pflanze, DAN2.2Pflanze, KOMPAL1.1

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 90 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 20	Concentration
High WL Range: 10	

Source Settings

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm):	100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec):	0
Pump Tubing Type:	Tygon-Orange
RF Power:	1150 W
Nebulizer Flow:	31.0 PSI
Auxiliary Gas:	0.5 lpm

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.2	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.2 MMgesICP10.2	2
MMgesICP7.2 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P MMgesICP10.2 = S					

Sequence Automation

Initial Actions				Global QC Properties	
	Operation	Failure Action		Number of failed lines to fail a QC sample	1
1	Standardize	None		Maximum QC visits per tube location	8
2	K1	None			
Add Action				☒ Restandardize QC failed lines only	
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure				☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence	
Continuing Actions				☐ Sound alarm on 1st QC failure sec	
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec	
1	K1	20	Standardize, Recheck, QC		
Add Action					
End Actions				Autosampler	
	Operation	Failure Action		Standard rinse time	1 sec
1	K1	None		☒ Sipper step ahead Step ahead-time	25 sec
Add Action					
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?					

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.2 MMgesICP10.2	3
MMgesICP7.2 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P MMgesICP10.2 = S						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examinatio	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Al 396.152 {85}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Al 396.152 {85}2	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Ca 317.993 {105}	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Ca 317.993 {105}2	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Fe 238.204 {141}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Fe 238.204 {141} 2	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
K 766.490 {44}	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
K 766.490 {44} 2	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
Mg 285.213 {117}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mg 285.213 {117} 2	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mg 279.074 {120}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	16	2
Mg 279.074 {120} 2	21	3	10	3	☒	1	1	☒	16	2
Mn 260.569 {129}	21	3	10	3	☒	1	2	☒	21	1
Mn 260.569 {129} 2	21	3	10	3	☒	1	2	☒	21	1
Mn 293.306 {114}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	19	2
Na 589.592 {57}	21	3	9	4	☒	5	2	☒	16	2
Na 589.592 {57} 1	21	3	9	4	☒	5	2	☒	16	2
P 213.618 {157}	21	3	10	3	☒	6	1	☐	-	-
P 213.618 {157} 2	21	3	10	3	☒	6	1	☐	-	-
S 182.034 {184}	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1
S 182.034 {184} 2	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.2 MMgesICP10.2	5
MMgesICP7.2 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P MMgesICP10.2 = S						

Element,	Calibration Standards															
Wavelength and	Na14		Na16		Na18		Na22		Na24		Na26		Na28		Na30	
Order	?	Con	?	Con	?	Con		Con	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con
Al 396.152 {85}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Al 396.152 {85}2	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Ca 317.993	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Ca 317.993	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Fe 238.204 {141}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Fe 238.204 {141}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
K 766.490 {44}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
K 766.490 {44} 2	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 285.213 {117}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 285.213	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mg 279.074	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 260.569	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 260.569	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Mn 293.306	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Na 589.592 {57}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
Na 589.592 {57}	☒	14	☒	16	☒	18	☒	22	☒	24	☒	26	☒	28	☒	30
P 213.618 {157}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
P 213.618 {157}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
S 182.034 {184}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	
S 182.034 {184}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Sammelanhang
S13.2

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.2 MMgesICP10.2	6
MMgesICP7.2 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na,P MMgesICP10.2 = S				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.3	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.3 MMgesICP10.3	1
MMgesICP7.3 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP10.3 = S						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methoden ANULL, ANULLIC, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1Pflanze, DAN2.2Pflanze, KOMPAL1.1

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 45 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 20	Concentration
High WL Range: 10	

Source Settings

Plasma Settings
Nebulizer Pump
Flush Pump Rate (rpm): 200 3.7 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 15
Pump Tubing Type: Tygon-Orange
RF Power: 1150 W
Nebulizer Flow: 31.0 PSI
Auxiliary Gas: 0.5 lpm

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.3	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.3 MMgesICP10.3	2
MMgesICP7.3 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP10.3 = S						

Sequence Automation

Initial Actions <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;"></th> <th style="width: 20%;">Operation</th> <th style="width: 75%;">Failure Action</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>Standardize</td> <td>None</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>K1</td> <td>None</td> </tr> </tbody> </table> Add Action ☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure Continuing Actions <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;"></th> <th style="width: 15%;">Operation</th> <th style="width: 10%;">Freq</th> <th style="width: 70%;">Failure Action</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>K1</td> <td>20</td> <td>Standardize, Recheck, QC</td> </tr> </tbody> </table> Add Action End Actions <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;"></th> <th style="width: 20%;">Operation</th> <th style="width: 75%;">Failure Action</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>K1</td> <td>None</td> </tr> </tbody> </table> Add Action ☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?		Operation	Failure Action	1	Standardize	None	2	K1	None		Operation	Freq	Failure Action	1	K1	20	Standardize, Recheck, QC		Operation	Failure Action	1	K1	None	Global QC Properties Number of failed lines to fail a QC sample 1 Maximum QC visits per tube location 8 ☒ Restandardize QC failed lines only ☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence ☐ Sound alarm on 1st QC failure sec ☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec Autosampler Standard rinse time 1 sec ☐ Sipper step ahead Step ahead-time 0 sec
	Operation	Failure Action																						
1	Standardize	None																						
2	K1	None																						
	Operation	Freq	Failure Action																					
1	K1	20	Standardize, Recheck, QC																					
	Operation	Failure Action																						
1	K1	None																						

Sammelanhang	für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.3		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.3 MMgesICP10.3	3
MMgesICP7.3 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP10.3 = S						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Al 396.152 {85}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Al 396.152 {85} 2	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Ca 317.993 {105}	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Ca 317.993 {105} 2	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Fe 238.204 {141}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Fe 238.204 {141} 2	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
K 766.490 {44}	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
K 766.490 {44} 2	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
Mg 285.213 {117}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mg 285.213 {117} 2	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mn 260.569 {129}	21	3	10	3	☒	1	2	☒	21	1
Mn 293.306 {114}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	19	2
Na 589.592 {57}	21	3	9	4	☒	5	2	☒	16	2
Na 589.592 {57} 2	21	3	9	4	☒	5	2	☒	16	2
P 213.618 {157}	21	3	10	3	☒	6	1	☐	-	-
P 213.618 {157} 2	21	3	10	3	☒	6	1	☐	-	-
S 182.034 {184}	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1
S 182.034 {184} 2	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S13.3	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP7.3 MMgesICP10.3	4
MMgesICP7.3 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP10.3 = S						

Element Standards Report

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards											
	Blank		HE 0.5		HE 2.5		HE 5		HE 10		HE 20	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Al 396.152 {85}	☒	0	☒	0,5	☒	2,5		20		5		10
Al 396.152 {85} 2					☒		☒		☒		☒	
Ca 317.993 {105}	☒	0		20	☒	2,5	☒	0,5		10		5
Ca 317.993 {105} 2	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
Fe 238.204 {141}	☒	0		10	☒	2,5	☒	0,5	☒	5		7,5
Fe 238.204 {141} 2	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
K 766.490 {44}	☒	0		5		2,5	☒	0,5		10		20
K 766.490 {44} 2	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
Mg 285.213 {117}	☒	0	☒	0,5		10		20	☒	2,5		5
Mg 285.213 {117} 2					☒		☒		☒		☒	
Mn 260.569 {129}	☒	0	☒	0,5	☒	2,5		5		10		20
Mn 293.306 {114}					☒		☒		☒		☒	
Na 589.592 {57}	☒	0	☒	0,5		20	☒	5		10	☒	2,5
Na 589.592 {57} 2					☒		☒		☒		☒	
P 213.618 {157}	☒	0		20		10		5	☒	0,5	☒	2,5
P 213.618 {157} 2			☒		☒		☒		☒		☒	
S 182.034 {184}	☒	0	☒	0,5	☒	2,5		5		20		10
S 182.034 {184} 2					☒		☒		☒		☒	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP11.1	1
MMgesICP8.1 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.1 = S						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methoden DAN1.1Humus, DAN2.2Humus, DANF1.1Boden, DANF1.1Humus, OAKW1.1Boden, OAKW1.1Humus, OAKWEG1.1, DAN1.1Boden :

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 90 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 20	Concentration
High WL Range: 10	

Source Settings

Plasma Settings
Nebulizer Pump
Flush Pump Rate (rpm): 100 1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 100 1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 0
Pump Tubing Type: Tygon-Orange
RF Power: 1350 W
Nebulizer Flow: 31.0 PSI
Auxiliary Gas: 0.5 lpm

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP11.1	2
MMgesICP8.1 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.1 = S						

Sequence Automation

Initial Actions				Global QC Properties			
	Operation	Failure Action		Number of failed lines to fail a QC sample	1		
1	Standardize	None		Maximum QC visits per tube location	8		
2	K1	None		☒ Restandardize QC failed lines only			
Add Action				☒ Continue on 2nd QC failure			
☐	At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure			Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence			
Continuing Actions				☐ Sound alarm on 1st QC failure	sec		
	Operation	Freq	Failure Action	☐ Sound alarm on 2nd QC failure	sec		
1	K1	16	Standardize, Recheck, QC				
Add Action							
End Actions				Autosampler			
	Operation	Failure Action		Standard rinse time	1 sec		
1	K1	None		☒ Sipper step ahead			
Add Action				Step ahead-time	40 sec		
☐	At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?						

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP11.1	3
MMgesICP8.1 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.1 = S						

Internal Standard

Internal Standard Timing Group		Lines that Reference NO	
Internal Standard	Referencing Lines		Internal Standard
Sc 255.237 {132}	Al 266.039 {126}		Sc 255.237 {132}
Sc 357.253 {94}	Fe 259.837 {129}		Sc 357.253 {94}
	Fe 259.940 {129}		
	Fe 271.441 {124}	>>	
	Mn 260.569 {129}		
	P 213.618 {157}	<<	
	S 182.034 {184}		
	Al 308.215 {109}		
	Ca 317.933 {105}		
	Ca 317.933 {105}2		
	Ca 318.128 {105}		
	K 766.490 {44}		
	K 766.490 {44}2		
	Mg 279.074 {120}		
	Mg 285.213 {117}		
	Mn 293.306 {114}		
	Na 589.592 {57}		

Select Internal Stds...

Gate 1 (sec):

Gate 2 (sec):

☒ Use as Internal Std Only

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP11.1	4
MMgesICP8.1 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.1 = S						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Al 266.039 {126}	21	3	9	5	☒	1	2	☒	18	2
Al 308.215 {109}	21	3	9	4	☒	1	2	☒	16	1
Ca 317.933 {105}	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Ca 317.933	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Ca 318.128 {105}	21	3	10	3	☒	2	2	☒	17	2
Fe 259.837 {129}	21	3	9	5	☐	-	-	☒	19	2
Fe 259.940 {129}	21	3	9	4	☒	6	2	☐	-	-
Fe 271.441 {124}	21	3	9	4	☒	1	2	☒	17	2
K 766.490 {44}	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
K 766.490 {44}2	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
Mg 279.074 {120}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	15	2
Mg 285.213 {117}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mn 260.569 {129}	21	3	9	5	☒	1	2	☐	-	-
Mn 293.306 {114}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Na 589.592 {57}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	17	2
P 213.618 {157}	21	3	9	4	☒	7	1	☐	-	-
S 182.034 {184}	21	3	9	3	☒	1	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	6	4	☒	1	2	☒	13	2
Sc 357.253 {94}	21	3	10	3	☒	4	2	☒	18	2

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP11.1	6
MMgesICP8.1 = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.1 = S						

Element Standards Report (Fortsetzung)

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards																		Blank *	
	Na22		Na24		Na26		Na28		Na30		A 3 *		A 4 *		A 2 *		A 1 *			
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Al 266.039 {126}	☐		☐		☐		☐		☐		☒	50	☒	100	☐	20	☐		☐	0
Al 308.215 {109}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒		☐		☒	
Ca 317.933 {105}	☐		☐		☐		☐		☐		☐	50	☐	100	☒	10	☐		☒	0
Ca 317.933	☐		☐		☐		☐		☐		☒		☐		☒		☐		☐	
Ca 318.128 {105}	☐		☐		☐		☐		☐		☒		☐		☐		☐		☐	
Fe 259.837 {129}	☐		☐		☐		☐		☐		☒	50	☐	100	☐		☒	10	☐	0
Fe 259.940 {129}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒		☒	
Fe 271.441 {124}	☐		☐		☐		☐		☐		☒		☒		☐		☐		☐	
K 766.490 {44}	☐		☐		☐		☐		☐		☐	50	☐		☒	20	☐		☒	0
K 766.490 {44}2	☐		☐		☐		☐		☐		☒		☐		☒		☐		☐	
Mg 279.074 {120}	☐		☐		☐		☐		☐		☒	50	☐		☐		☒	10	☐	0
Mg 285.213 {117}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒		☒	
Mn 260.569 {129}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐	20	☒	5	☒	0
Mn 293.306 {114}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒		☒		☐	
Na 589.592 {57}	☒	22	☒	24	☒	26	☒	28	☒	30	☐		☐		☐		☒	20	☒	0
P 213.618 {157}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒	20	☒	0
S 182.034 {184}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒	20	☒	0
Sc 255.237 {132}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒	10	☐	0
Sc 357.253 {94}	☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☐		☒		☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP8.2 MMgesICP11.2	1
MMgesICP8.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Ti, Zn MMgesICP8.2 = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.2 = S						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methoden DAN1.1Humus, DAN2.2Humus, DANF1.1Boden, DANF1.1Humus, OAKW1.1Boden, OAKW1.1Humus, OAKWEG1.1, DAN1.1Boden

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 90 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 20	Concentration
High WL Range: 10	

Source Setting

Plasma Settings	
Nebulizer Pump	
Flush Pump Rate (rpm): 100	1.85 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 100	1.85 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 0	
Pump Tubing Type: Tygon-Orange	
RF Power: 1350 W	
Nebulizer Flow: 31.0 PSI	
Auxiliary Gas: 0.5 lpm	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP8.2 MMgesICP11.2	2
MMgesICP8.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Ti, Zn MMgesICP8.2 = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.2 = S						

Sequence Automation

Initial Actions				Global QC Properties			
	Operation	Failure Action		Number of failed lines to fail a QC sample			1
1	Standardize	None		Maximum QC visits per tube location			8
2	K24	None		☒ Restandardize QC failed lines only			
Add Action				☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence			
☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure				☐ Sound alarm on 1st QC failure sec			
Continuing Actions				☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec			
	Operation	Freq	Failure Action				
1	K24	16	Standardize, Recheck, QC				
Add Action							
End Actions				Autosampler			
	Operation	Failure Action		Standard rinse time			1 sec
1	K24	None		☒ Sipper step ahead Step ahead-time			40 sec
Add Action							
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?							

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP8.2 MMgesICP11.2	3
MMgesICP8.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Ti, Zn MMgesICP8.2 = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.2 = S						

Internal Standard

Internal Standard Timing Group		Referencing Lines		Lines that Reference NO
Internal Standard				Internal Standard
Sc 255.237 {132}		Cd 214.438 {157}		Al 266.039 {126}
Sc 357.253 {94}		Co 228.616 {147}		Al 308.215 {109}
		Cr 205.552 {163}		Al 308.215 {109}2
		Fe 238.837 {141}	>>	Ba 233.527 {144}
		Fe 259.837 {129}		Cu 324.754 {103}
		Mn 260.569 {129}	<<	Fe 217.809 {154}
Select Internal Stds...		Ni 231.604 {145}		K 766.4490 {44}
		Pb 220.353 {152}		K 766.490 {44}
		Zn 213.856 {157}		Na 589.592 {57}
		Ca 317.933 {105}		P 213.618 {157}
Gate 1 (sec): 0		Ca 317.933 {105}2		S 182.034 {184}
		Ca 318.128 {105}		Sc 255.237 {132}
		Mg 279.074 {120}		Sc 357.253 {94}
Gate 2 (sec): 0		Mg 285.213 {117}		Ti 334.941 {100}
		Mn 293.306 {114}		
☒ Use as Internal Std Only				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.2	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP8.2 MMgesICP11.2	4
MMgesICP8.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Ti, Zn MMgesICP8.2 = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.2 = S						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Al 266.039 {126}	21	3	10	5	☒	1	2	☒	18	2
Al 308.215 {109}	21	3	10	4	☒	1	1	☒	18	1
Al 308.215 {109}2	21	3	10	4	☒	1	1	☒	18	1
Ba233.527 {144}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Ca 317.933 {105}	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Ca 317.933	21	3	10	3	☒	3	2	☒	18	2
Ca 318.128 {105}	21	3	10	3	☒	2	2	☒	17	2
Cd 214.438 {157}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	16	1
Co 228.616 {147}	21	3	10	3	☒	3	1	☒	21	1
Cr 205.552 {163}	21	3	10	3	☒	1	2	☒	15	1
Cu 324.754 {103}	21	3	10	3	☒	8	1	☐	-	-
Fe 217.809 7154}	21	3	10	4	☒	1	1	☒	21	1
Fe 238.204 {141}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	21	1
Fe 259.837 {129}	21	3	10	5	☒	6	1	☒	19	2
K 766.490 {44}	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
K 766.490 {44}2	21	3	8	4	☒	4	2	☒	18	2
Mg 279.074 {120}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	16	1
Mg 285.213 {117}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Mn 260.569 {129}	21	3	9	5	☒	1	2	☐	-	-
Mn 293.306 {114}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Na 589.592 {57}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	17	2
Ni 221.647 {152}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Ni 231.604 {145}	21	3	10	4	☒	3	1	☒	16	1
P 213.618 {157}	21	3	10	3	☒	7	1	☐	-	-
Pb 220.353 {152}	21	3	10	4	☒	4	2	☒	18	1
S 182.034 {184}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Sc 255.237 {132}	15	3	6	4	☒	1	2	☒	13	2
Sc 357.253 {94}	21	3	10	3	☒	4	2	☒	18	2
Ti 334.941 {100}	21	3	10	4	☒	1	2	☒	21	1
Zn 213.856 {157}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1

Sammelanhang	für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S14.2		M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP8.1 MMgesICP8.2 MMgesICP11.2	6
MMgesICP8.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Ti, Zn MMgesICP8.2 = Al, Ba, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P MMgesICP11.2 = S						

Element Standards Report (Fortsetzung)

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards							
	Na 15		Na 18		Na 21		Na 24	
	?	Con	?	Con	?	Con	?	Con
Al 266.039 {126}	☐		☐		☐		☐	
Al 308.215 {109}	☐		☐		☐		☐	
Al 308.215 {109}2	☐		☐		☐		☐	
Ba233.527 {144}	☐		☐		☐		☐	
Ca 317.933 {105}	☐		☐		☐		☐	
Ca 317.933	☐		☐		☐		☐	
Ca 318.128 {105}	☐		☐		☐		☐	
Cd 214.438 {157}	☐		☐		☐		☐	
Co 228.616 {147}	☐		☐		☐		☐	
Cr 205.552 {163}	☐		☐		☐		☐	
Cu 324.754 {103}	☐		☐		☐		☐	
Fe 259.837 {129}	☐		☐		☐		☐	
Fe 238.204 {141}	☐		☐		☐		☐	
Fe 217.809 {154}	☐		☐		☐		☐	
K 766.490 {44}	☐		☐		☐		☐	
K 766.490 {44}2	☐		☐		☐		☐	
Mg 279.074 {120}	☐		☐		☐		☐	
Mg 285.213 {117}	☐		☐		☐		☐	
Mn 260.569 {129}	☐		☐		☐		☐	
Mn 293.306 {114}	☐		☐		☐		☐	
Na 589.592 {57}	☒	15	☒	18	☒	21	☒	24
Ni 221.647 {152}	☐		☐		☐		☐	
Ni 231.604 {145}	☐		☐		☐		☐	
P 213.618 {157}	☐		☐		☐		☐	
Pb 220.353 {152}	☐		☐		☐		☐	
S 182.034 {184}	☐		☐		☐		☐	
Sc 255.237 {132}	☐		☐		☐		☐	
Sc 357.253 {94}	☐		☐		☐		☐	
Ti 334.941 {100}	☐		☐		☐		☐	
Zn 213.856 {157}	☐		☐		☐		☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S15.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP10.1	1
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methoden AKE1.1, AKEG1.1, AKEG2.1

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 120 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 10	Concentration
High WL Range: 20	

Source Settings

Plasma Settings
Nebulizer Pump
Flush Pump Rate (rpm): 80 1.48 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 80 1.48 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 0
Pump Tubing Type: Tygon-Orange
RF Power: 1350 W
Nebulizer Flow: 35.0 PSI
Auxiliary Gas: 1.5 lpm

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S15.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP10.1	2
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na						

Sequence Automation

Initial Actions <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; margin-bottom: 10px;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;"></th> <th style="width: 20%;">Operation</th> <th style="width: 75%;">Failure Action</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>Standardize</td> <td>None</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>K5</td> <td>None</td> </tr> </tbody> </table> Add Action ☐ At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure Continuing Actions <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; margin-bottom: 10px;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;"></th> <th style="width: 15%;">Operation</th> <th style="width: 10%;">Freq</th> <th style="width: 70%;">Failure Action</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>K5</td> <td>16</td> <td>Standardize, Recheck, QC</td> </tr> </tbody> </table> Add Action End Actions <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; margin-bottom: 10px;"> <thead> <tr> <th style="width: 5%;"></th> <th style="width: 20%;">Operation</th> <th style="width: 75%;">Failure Action</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>1</td> <td>K5</td> <td>None</td> </tr> </tbody> </table> Add Action ☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?		Operation	Failure Action	1	Standardize	None	2	K5	None		Operation	Freq	Failure Action	1	K5	16	Standardize, Recheck, QC		Operation	Failure Action	1	K5	None	Global QC Properties Number of failed lines to fail a QC sample 1 Maximum QC visits per tube location 5 ☒ Restandardize QC failed lines only ☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence ☐ Sound alarm on 1st QC failure sec ☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec Autosampler Standard rinse time 1 sec ☐ Sipper step ahead Step ahead-time 0 sec
	Operation	Failure Action																						
1	Standardize	None																						
2	K5	None																						
	Operation	Freq	Failure Action																					
1	K5	16	Standardize, Recheck, QC																					
	Operation	Failure Action																						
1	K5	None																						

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S15.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP10.1	3
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarra	Subarra	Examinatio	Examinatio	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Al 308.215 {109}	21	3	9	4	☒	1	2	☒	16	2
Ca 317.933	21	3	10	3	☒	4	1	☒	20	1
Fe 238.204 {141}	21	3	10	4	☒	5	2	☒	18	2
K 766.490 {44}	21	3	9	3	☒	5	2	☒	17	2
Mg 279.074	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Mg 285.213	21	3	10	3	☒	4	2	☒	16	2
Mn 260.569	21	3	10	4	☒	2	1	☒	20	2
Mn 293.306	21	3	10	3	☒	3	2	☒	17	1
Na 589.592 {57}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	16	2
Sc 255.237 {132}	15	3	6	4	☒	1	1	☒	15	1
Sc 357.253 {94}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1

Element Standards Report

Element, Wavelength and Order	Calibration			
	AKE0*		AKE1*	
	?	Conc	?	Conc
Al 308.215 {109}	☒	0	☒	20
Ca 317.933 {105}	☒	0	☒	50
Fe 238.204 {141}	☒	0	☒	10
K 766.490 {44}	☒	0	☒	10
Mg 279.074 {120}	☒	0	☒	10
Mg 285.213 {117}	☒		☒	
Mn 260.569 {129}	☒	0	☒	5
Mn 293.306 {114}	☒		☒	
Na 589.592 {57}	☒	0	☒	10
Sc 255.237 {132}	☒	0	☒	10
Sc 357.253 {94}	☒		☒	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Sammelanhang
S15.1

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP10.1	4
M = Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S16.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP13.1	1
M = Ca, K, Mg, Na						

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methode AKT2.1

Analysis Preferences

Sample Options	Source
Repeats: 4	Light Source: ICAP
Delay time: 0 seconds	
Sample flush time: 75 seconds	
	☒ Auto-Increment Sample Names
	☐ Use Sample Weight Corrections
	☐ Use Manual Plasma Conditions
Analysis Maximum Integration Times (seconds)	Calibration Mode
Low WL Range: 1	Concentration
High WL Range: 20	

Source Settings

Plasma Settings
Nebulizer Pump
Flush Pump Rate (rpm): 80 1,48 ml/min
Analysis Pump Rate (rpm): 80 1,48 ml/min
Pump Relaxation Time (sec): 0
Pump Tubing Type: Tygon-Orange
RF Power: 1350 W
Nebulizer Flow: 35.0 PSI
Auxiliary Gas: 1.5 lpm

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S16.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP13.1	2
M = Ca, K, Mg, Na						

Sequence Automation

Initial Actions				Global QC Properties			
	Operation	Failure Action		Number of failed lines to fail a QC sample		1	
1	Standardize	None		Maximum QC visits per tube location		6	
2	K30	None		☒ Restandardize QC failed lines only ☒ Continue on 2nd QC failure Warning: the default behavior on 2nd QC failure is to halt sequence			
x At the end of the initial actions phase halt sequence on any QC-failure Add Action				☐ Sound alarm on 1st QC failure sec ☐ Sound alarm on 2nd QC failure sec			
Continuing Actions							
1	Operation	Freq	Failure Action				
	K30	16	Standardize, Recheck, QC				
Add Action							
End Actions				Autosampler			
	Operation	Failure Action		Standard rinse time		1 sec	
1	K30	None		☐ Sipper step ahead Step ahead-time sec			
Add Action							
☐ At the end of the end actions invalidate data on any QC failure ?							

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S16.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP13.1	3
M = Ca, K, Mg, Na						

Element Subarray Report

Element, Wavelength and Order					Left Background			Right Background		
	Subarray	Subarray	Examination	Examination	?	Location	Width	?	Location	Width
	Width	Height	Location	Width						
Ca 315.887 {106}	21	3	9	4	☒	1	1	☒	21	1
Ca 317.933 {105}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
K 766.490 {44}	21	3	9	3	☒	4	2	☒	18	1
Mg 285.213 {117}	21	3	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Na 588.995 {57}	21	3	10	3	☒	8	1	☒	14	1

Element Standards Report

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards											
	AKT0 *		AKT5		AKT10		AKT15		AKT1 *		AKT2 *	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Ca 315.887 {106}	☐	0	☐	5	☐	10	☐	15	☒	20	☒	100
Ca 317.933 {105}	☒		☒		☒		☒		☒		☐	
K 766.490 {44}	☒	0	☒	5	☒	10	☒	15	☒	20	☐	
Mg 285.213 {117}	☒	0	☒	5	☒	10	☒	15	☒	20	☐	
Na 588.995 {57}	☒	0	☒	5	☒	10	☒	15	☒	20	☐	

* verwendete Standards für die Nachkalibration

Sammelanhang
S16.1

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP13.1	4
M = Ca, K, Mg, Na				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	1
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Grundeichung und Geräteparameter für IC Metrohm für die Methode ANULLIC

a. Verwendete Standards:

In den nachfolgenden Tabellen ist angegeben, wie viel mg/l des jeweiligen Anions oder Kations, bzw. wie viel ppb des jeweiligen Elements sich in den Standards für die Grundeichung befinden. Für Anionen und Kationen werden jeweils getrennte Standards angesetzt.

Std.-Nr	mg/l Ion	1 ppb Element	mg/l Ion	2 ppb Element	mg/l Ion	3 ppb Element	mg/l Ion	4 ppb Element	mg/l Ion	5 ppb Element
F	0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
Cl	0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
NO ₂	0,01	3,04	0,02	6,08	0,04	12,16	0,08	24,32	0,12	36,47
NO ₃	0,01	2,26	0,02	4,51	0,04	9,03	0,08	18,06	0,12	27,09
PO ₄	0,01	3,26	0,02	6,51	0,04	13,03	0,08	26,06	0,12	39,09
SO ₄	0,01	3,33	0,02	6,67	0,04	13,33	0,08	26,67	0,12	40,00
Na	0,01	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
NH ₄	0,01	3,89	0,01	7,78	0,02	15,55	0,04	31,10	0,06	46,66
K	0,01	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
Mg	0,01	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
Ca	0,01	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
Std.-Nr	mg/l Ion	6 ppb Element	mg/l Ion	7 ppb Element	mg/l Ion	8 ppb Element	mg/l Ion	9 ppb Element	mg/l Ion	10 ppb Element
F	0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
Cl	0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
NO ₂	0,16	48,63	0,25	75,99	0,30	91,19	0,40	121,58	0,50	151,98
NO ₃	0,16	36,12	0,25	56,43	0,30	67,72	0,40	90,29	0,50	112,87
PO ₄	0,16	52,12	0,25	81,43	0,30	97,72	0,40	130,29	0,50	162,87
SO ₄	0,16	53,33	0,25	83,33	0,30	100,00	0,40	133,33	0,50	166,67
Na	0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
NH ₄	0,08	62,21	0,10	77,76	0,15	116,64	0,20	155,52	0,25	194,40
K	0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
Mg	0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
Ca	0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	2
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Die Standards 1-10 werden aus der Stammlösung I (Anionen), bzw. Stammlösung II (Kationen) angesetzt, die Standards 11-19 aus den 1 g/l-Stammlösungen der Ionen. Die Herstellung der Stammlösungen für die Standardherstellung sind in der jeweiligen Methode angegeben. Es müssen für die Standards 1-10 bei den Kationen säuregespülte PFA-Kolben verwendet werden. Alle übrigen Standards werden in Glaskolben angesetzt. Für Kationen muss mit HNO₃ vorgespült werden, für Anionen mit demin. Wasser.

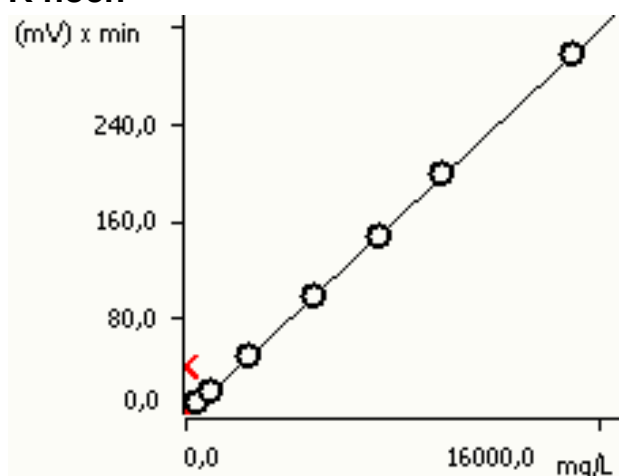
Std.-Nr	mg/l Ion	10 ppb Element	mg/l Ion	11 ppb Element	mg/l Ion	12 ppb Element	mg/l Ion	13 ppb Element	mg/l Ion	14 ppb Element
F	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00	5,00	5000,00
Cl	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00	5,00	5000,00
NO ₂	0,50	151,98	1,00	303,95	2,00	607,90	5,00	1519,76	10,00	3039,51
NO ₃	0,50	112,87	1,00	225,73	2,00	451,47	5,00	1128,67	10,00	2257,34
PO ₄	0,50	162,87	1,00	325,73	2,00	651,47	5,00	1628,66	10,00	3257,33
SO ₄	0,50	166,67	1,00	333,33	2,00	666,67	5,00	1666,67	10,00	3333,33
Na	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00	5,00	5000,00
NH ₄	0,25	194,40	0,50	388,80	1,00	777,60	2,50	1944,01	5,00	3888,02
K	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00	5,00	5000,00
Mg	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00	5,00	5000,00
Ca	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00	5,00	5000,00
Std.-Nr		15		16		17		18		19
F	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element
Cl	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00				
NO ₂	15,00	4559,27	20,00	6079,03	30,00					
NO ₃	15,00	3386,00	20,00	4514,67	30,00	6772,01	40,00	9029,35	50,00	11286,68
PO ₄	15,00	4885,99								
SO ₄	15,00	5000,00	20,00	6666,67	30,00					
Na	7,50	7500,00								
NH ₄										
K	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00				
Mg	7,50	7500,00								
Ca	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	3
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

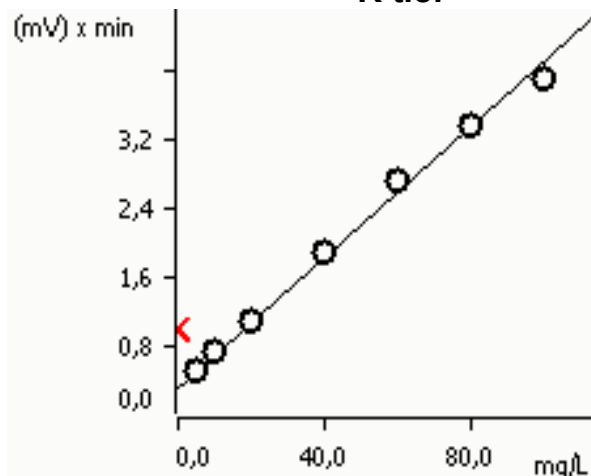
b. Eichkurven:

Dargestellt sind jeweils die Eichkurvenverläufe der hohen Eichung und des unteren Teils der tiefen Eichung. Die Art der Eichkurvenauswertung (linear, quadratisch, durch den Nullpunkt) ist in der Methodendokumentation (siehe c.) angegeben.

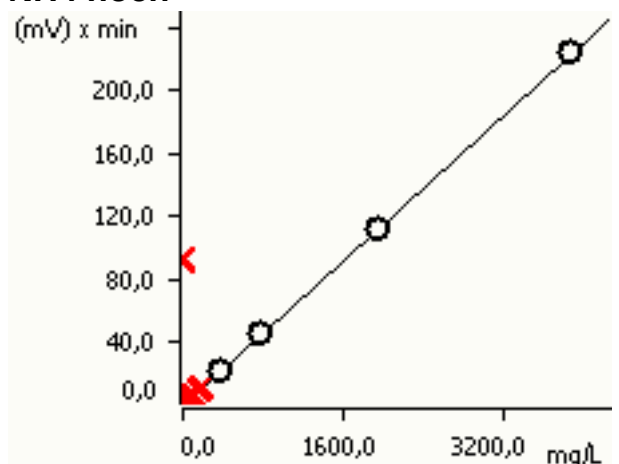
K hoch



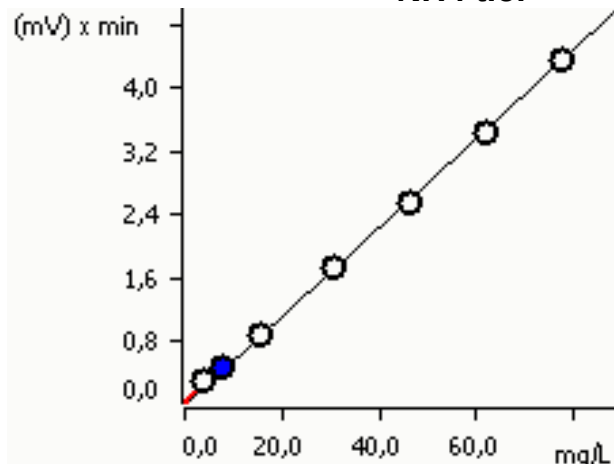
K tief



NH4 hoch

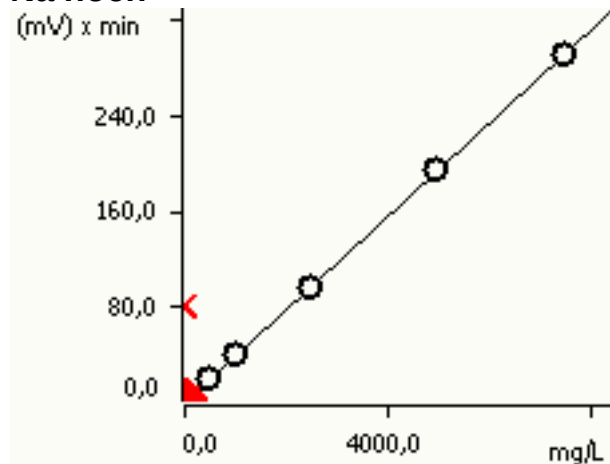


NH4 tief

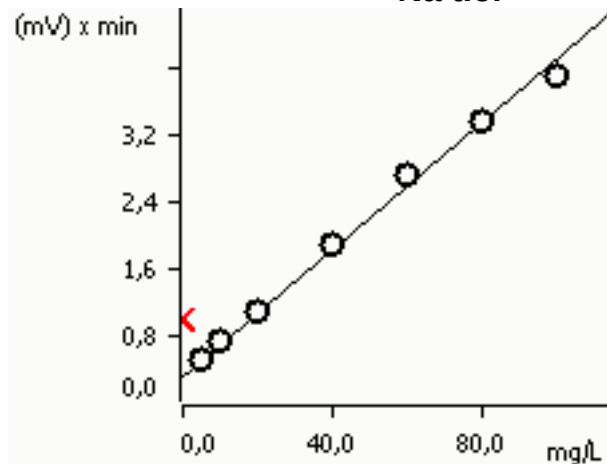


Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	4
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

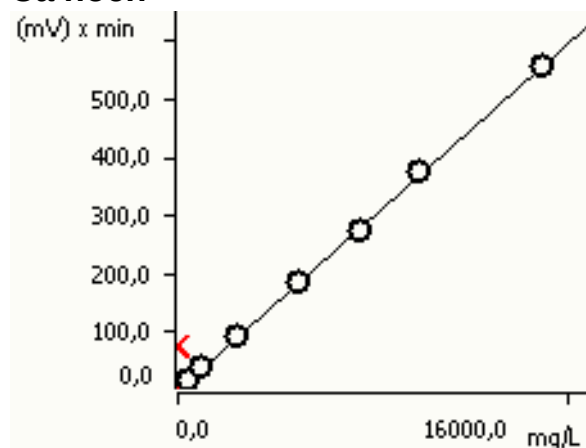
Na hoch



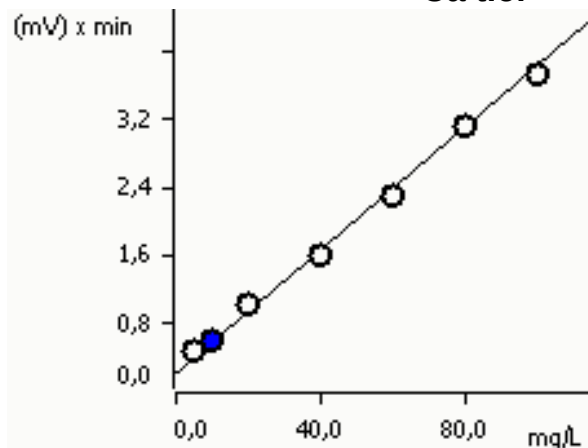
Na tief



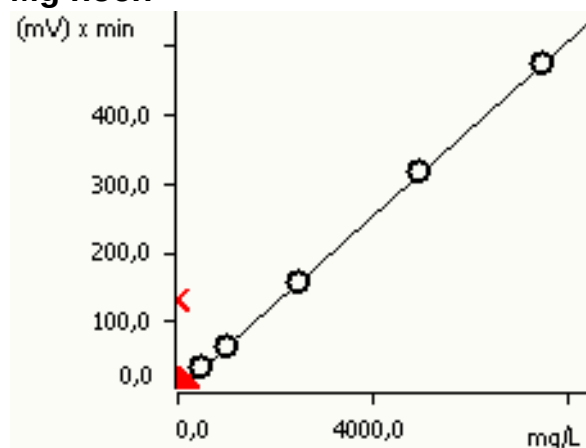
Ca hoch



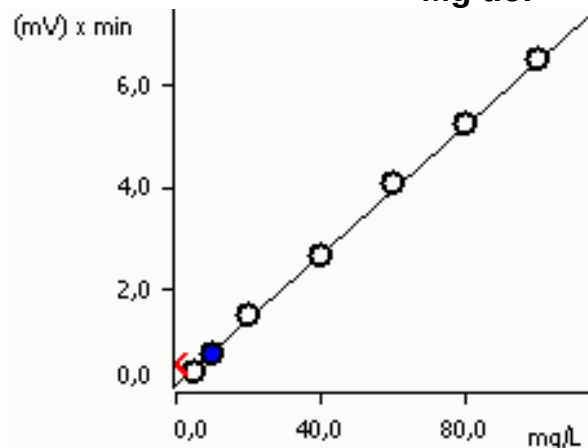
Ca tief



Mg hoch



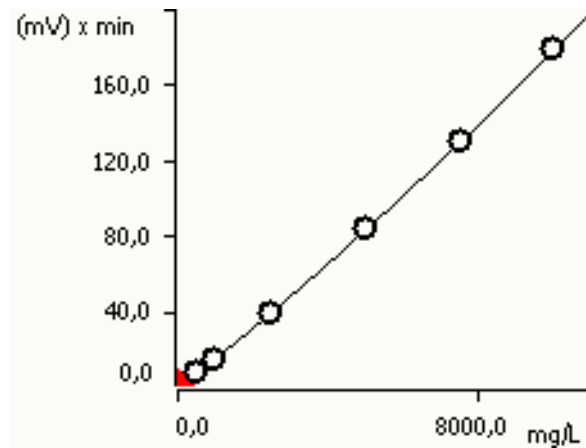
Mg tief



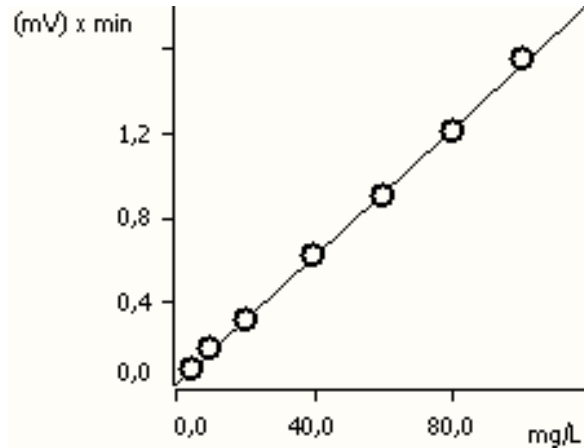
Sammelanhang	für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1		M	Mges	IC	MMgesIC2.1	5
		A	Ax		AAXIC2.1	

MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na
AAXIC2.1 = NH₄, NO₂, NO₃, PO₄, SO₄, Cl, F

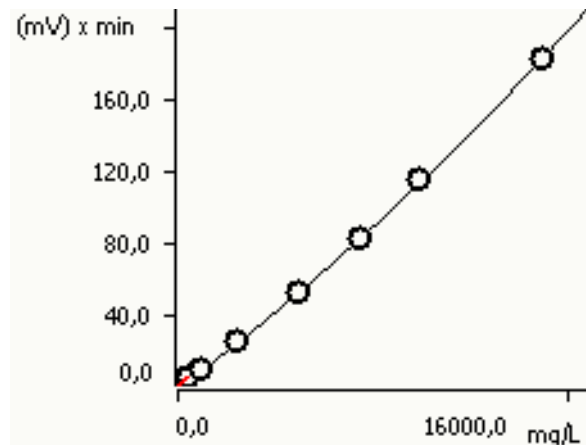
F hoch



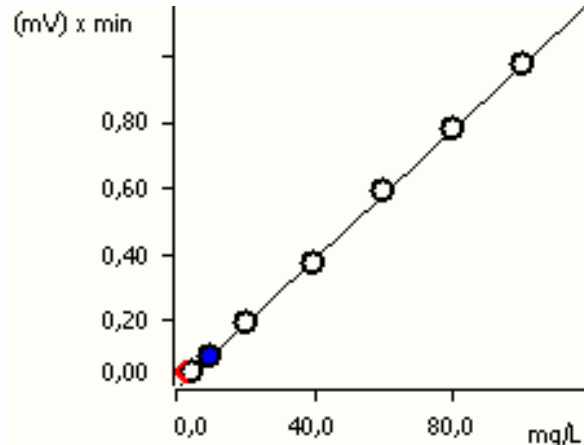
F tief



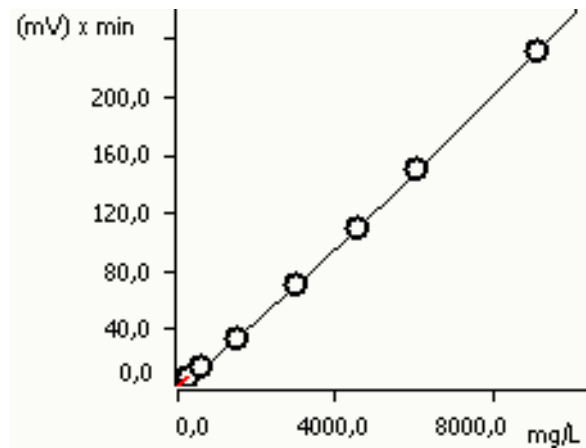
Cl hoch



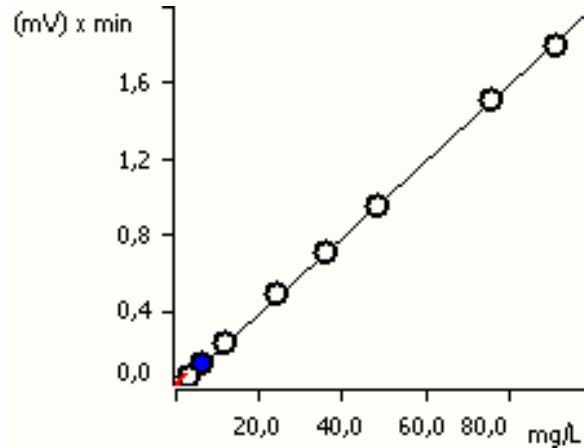
Cl tief



NO2 hoch

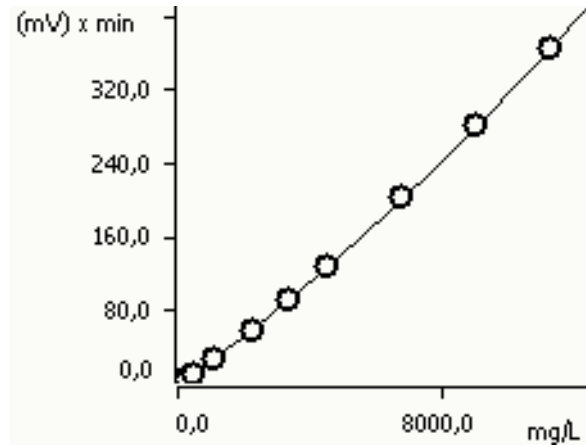


NO2 tief

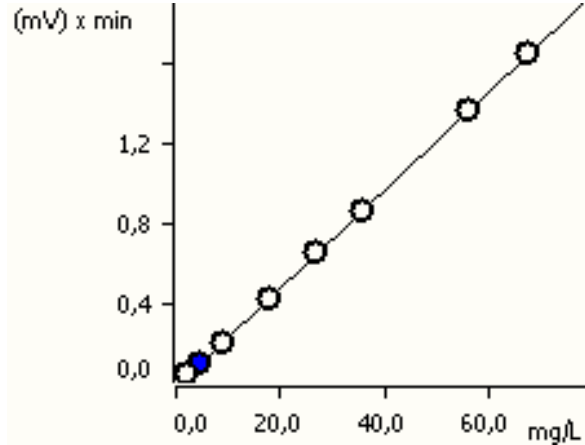


Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	IC	MMgesIC2.1	6
A	Ax		AAXIC2.1	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na				
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F				

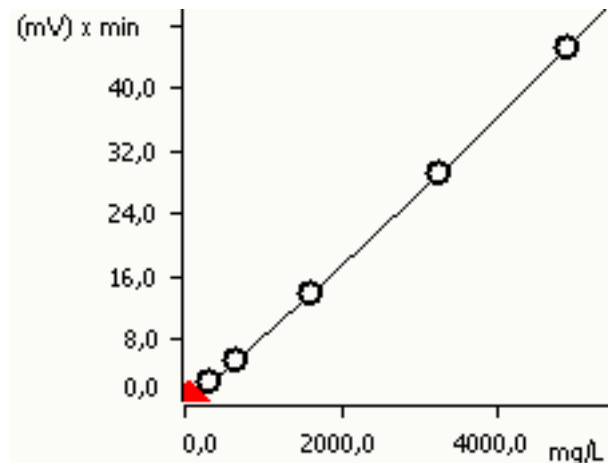
NO₃ hoch



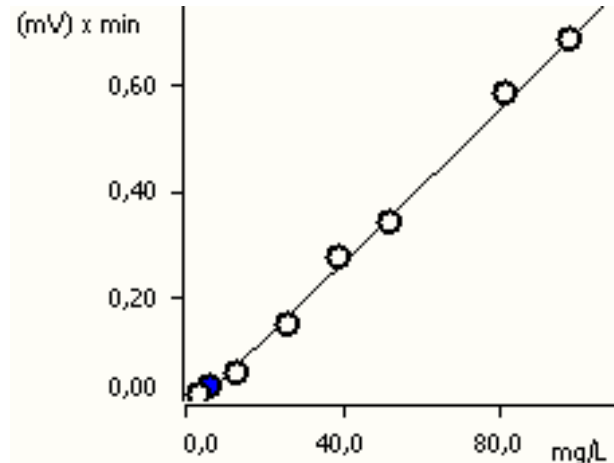
NO₃ tief



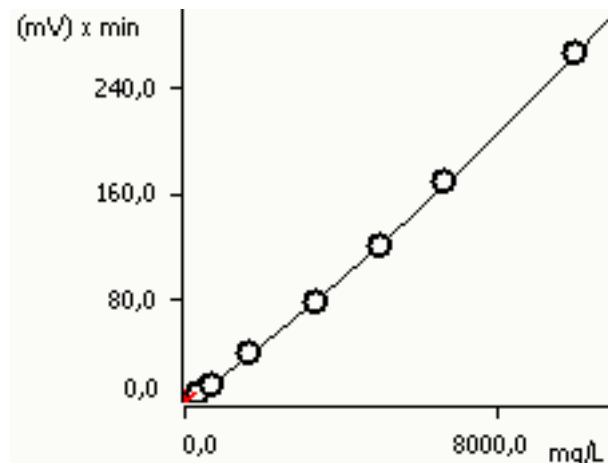
PO₄ hoch



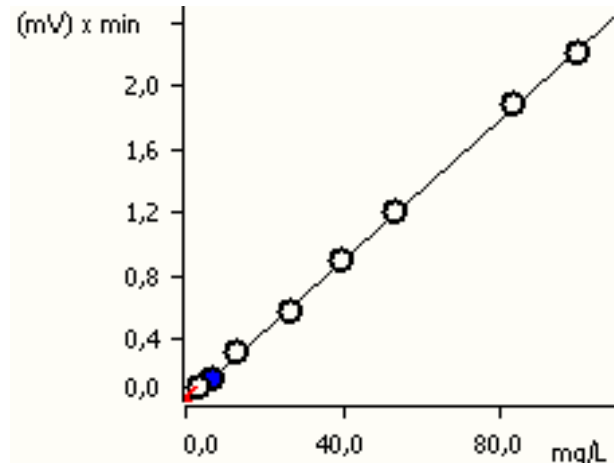
PO₄ tief



SO₄hoch



SO₄tief



Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	7
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

c. Methodenparamter

Im Folgenden ist vollständige Methodendokumentation des Gerätes mit allen Methodenparametern abgebildet:

Methodenparameter

Methodenname	Methode An Kat1
Speicherdatum	Methode 2008-09-08 15:51:17 UTC+2
Methodenversion	12
Methodengruppe	Main group
Methodenstatus	original
Methode gespeichert von	labor

Startparameter

Anionen hoch

Hardware assignment	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Anionen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Data acquisition	
Aufnahmedauer	13 min

771_Anionen

Gerätetyp	771 IC Interface
Kanal 1	
Warngrenze	2499 mV
Kanal 2	
Warngrenze	2499 mV

771_Kationen

Gerätetyp	771 IC Interface
Kanal 1	
Warngrenze	2499 mV
Kanal 2	
Warngrenze	2499 mV

Kationen hoch

Hardwarezuordnung	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Kationen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Datenaufnahme	
Aufnahmedauer	13,0 min

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	8
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Anionen tief

Hardwarezuordnung	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Anionen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Datenaufnahme	
Aufnahmedauer	13 min

Kationen tief

Hardwarezuordnung	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Kationen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Datenaufnahme	
Aufnahmedauer	13,0 min

Zeitprogramm

Hauptprogramm

Zeit	Gerät Modul	Befehl Parameter	Kommentar	Nr.
		Sequenz		8
		PROBE		
		Sequenz		1
		AN_KAT_CAL		
	771_Anionen	Warten auf Injektion IC Net		3
	Kanal 1			
0,0	Anionen tief	Start Datenaufnahme		2
0,0	Anionen hoch	Start Datenaufnahme		4
	771_Kationen	Warten auf Injektion IC Net		5
	Kanal 1			
0,0	Kationen tief	Start Datenaufnahme		9
0,0	Kationen hoch	Start Datenaufnahme		6
		Warten auf IC Net		7

PROBE

Zeit	Gerät Modul	Befehl Parameter	Kommentar	Nr.
		Start IC Net		11
		C:\Programme\Metrohm\IC Net 2.3\IC Net\System\IC\PROBE.smt		

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	9
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

AN_KAT_CAL

Zeit	Gerät Modul	Befehl Parameter	Kommentar	Nr.
		Start IC Net		17
		C:\Programme\Metrohm\IC Net 2.3\IC Net\System\IC\STANDARD.smt		

Integration

Anionen hoch

Empfindlichkeit	50
Glättung	20
Minimale Höhe	0,01 mV
Minimale Fläche	0,001 (mV) x min
Integrationsstart	2,5 min
Polarität	+
Negative Peaks	aus
Driftkompensation	aus
Overflow ignorieren	aus
Blindprobe subtrahieren	aus
Savitzky-Golay	aus
Ereignisse aktivieren	aus

Ereignisse

Start [min] Parameter	Ende [min]	Ereignis	
0,0	12	Tal-Tal	
2,5	3,5	Glättung	1

Kationen hoch

Empfindlichkeit	50
Glättung	20
Minimale Höhe	0,005 mV
Minimale Fläche	0,0005 (mV) x min
Integrationsstart	3,5 min
Polarität	+
Negative Peaks	aus
Driftkompensation	aus
Overflow ignorieren	aus
Blindprobe subtrahieren	aus
Savitzky-Golay	aus
Ereignisse aktivieren	aus

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	10
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Ereignisse

Start [min]	Ende [min]	Ereignis	
Parameter			
3	5	Gemeinsame Basislinie	
5	11,00	Tal-Tal	
6,0	13	Minimale Höhe	0,1
6	13	Minimale Fläche	0,02
11	13	Aufgesetzter Peak	

Anionen tief

Empfindlichkeit	50
Glättung	10
Minimale Höhe	0,01 mV
Minimale Fläche	0,001 (mV) x min
Integrationsstart	2,5 min
Polarität	+
Negative Peaks	aus
Driftkompensation	aus
Overflow ignorieren	aus
Blindprobe subtrahieren	aus
Savitzky-Golay	aus
Ereignisse aktivieren	aus

Ereignisse

Start [min]	Ende [min]	Ereignis	Parameter
0,0	12	Tal-Tal	
2	3,5	Glättung	2

Kationen tief

Empfindlichkeit	40
Glättung	7
Minimale Höhe	0,005 mV
Minimale Fläche	0,0005 (mV) x min
Integrationsstart	3,5 min
Polarität	+
Negative Peaks	aus
Driftkompensation	aus
Overflow ignorieren	aus
Blindprobe subtrahieren	aus
Savitzky-Golay	aus
Ereignisse aktivieren	aus

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	11
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Ereignisse

Start [min] Parameter	Ende [min]	Ereignis	
3,8	4,5	Tal-Tal	
4,5	5,00	Aufgesetzter Peak	
5	13	Tal-Tal	
6,0	13	Minimale Höhe	0,1
6	13	Minimale Fläche	0,02
7	13	Glättung	20

Komponenten

Anionen hoch

Name	Zeit [min]	Fenster [%]	Referenz
F	2,678	5,0	keine
Cl	3,778	5,0	keine
NO ₂ -N	4,427	5,0	keine
NO ₃ -N	6,025	5,0	keine
PO ₄ -P	8,422	5,0	keine
SO ₄ -S	9,610	5,0	keine

Totzeit Manuell 1,9 min

Identifikation

Referenzkomponenten	Höhe
Andere Komponenten	Zeit
Retentionszeit nachführen	aus

Kationen hoch

Name	Zeit [min]	Fenster [%]	Referenz
Na	4,152	5	keine
NH ₄ -N	4,502	5	keine
K	5,440	5	keine
Mg	9,002	5	keine
Ca	10,815	5	keine

Totzeit Manuell 0,01 min

Identifikation

Referenzkomponenten	Höhe
Andere Komponenten	Zeit
Retentionszeit nachführen	aus

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	12
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Anionen tief

Name	Zeit [min]	Fenster [%]	Referenz
F	2,678	5,0	keine
Cl	3,778	5,0	keine
NO ₂ -N	4,427	5,0	keine
NO ₃ -N	6,025	5,0	keine
PO ₄ -P	8,422	5,0	keine
SO ₄ -S	9,610	5,0	keine

Totzeit Manuell 0,01 min

Identifikation

Referenzkomponenten	Höhe
Andere Komponenten	Zeit
Retentionszeit nachführen	aus

Kationen tief

Name	Zeit [min]	Fenster [%]	Referenz
Na	4,152	5	keine
NH ₄ -N	4,502	5	keine
K	5,44	5	keine
Mg	9,002	5	keine
Ca	10,815	5	keine

Totzeit Manuell 0,01 min

Identifikation

Referenzkomponenten	Höhe
Andere Komponenten	Zeit
Retentionszeit nachführen	aus

Standards

Konzentrationseinheit mg/L (= Eingabe, real jedoch µg/l!)

Name	1	2	3	4	5	6	7	8	9
F	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
Cl	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
NO ₂ -N	3,04	6,08	12,16	24,32	36,47	48,63	75,99	91,19	121,58
NO ₃ -N	2,26	4,51	9,03	18,06	27,09	36,12	56,43	67,72	90,29
PO ₄ -P	3,26	6,51	13,03	26,06	39,09	52,12	81,43	97,72	130,29
SO ₄ -S	3,33	6,67	13,33	26,67	40,00	53,33	83,33	100,00	133,33
Na	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
NH ₄ -N	3,89	7,78	15,55	31,10	46,66	62,21	77,76	116,64	155,52
K	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
Mg	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
Ca	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	13
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Checkstandards

Name	1	2
F	2000	100
Cl	2000	100
NO ₂ -N	1824	75,99
NO ₃ -N	1354	56,43
PO ₄ -P	1954	81,43
SO ₄ -S	2000	83,33
Na	2000	100
NH ₄ -N	1555	77,76
K	2000	100
Mg	2000	100
Ca	2000	100

Kalibrierung

Anionen hoch

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
F	Fläche	Quadratisch	1
Cl	Fläche	Quadratisch	1
NO ₂ -N	Fläche	Quadratisch	1
NO ₃ -N	Fläche	Quadratisch	1
PO ₄ -P	Fläche	Quadratisch	1
SO ₄ -S	Fläche	Quadratisch	1

Kationen hoch

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
Na	Fläche	Linear durch 0	1
NH ₄ -N	Fläche	Linear	1
K	Fläche	Linear durch 0	1
Mg	Fläche	Linear durch 0	1
Ca	Fläche	Linear durch 0	1

Anionen tief

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
F	Fläche	Linear	1
Cl	Fläche	Linear	1
NO ₂ -N	Fläche	Linear	1
NO ₃ -N	Fläche	Linear	1
PO ₄ -P	Fläche	Quadratisch	1
SO ₄ -S	Fläche	Linear	1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	14
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Kationen tief

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
Na		Fläche	Linear 1
NH ₄ -N		Fläche	Linear 1
K		Fläche	Linear 1
Mg		Fläche	Linear 1
Ca		Fläche	Linear 1

Eigenschaften Kalibrierung

Kalibriermethode	Externer Standard
Kalibriermodus	Ersetzen
Funktionstyp	Messgrösse = f
(Konzentration)	
Punkt im Ursprung zur Kalibrierkurve	aus
Blindwertkorrektur für Inline-Kalibrierung	aus

Überwachung

Gültigkeit der Kalibrierung	
Unbegrenzt	ein
Gleicher Tag	aus
Tage	aus
Meldung	
Meldung per E-Mail	aus
Akustisches Signal	aus
Aktion	
Meldung dokumentieren	ein
Meldung anzeigen	aus
Bestimmung abbrechen	aus

Resultatdefinitionen

Report

Result	
Drucker	aus
Name	Standarddrucker
PDF-Datei	aus
Dateiname	
E-Mail senden	aus
E-Mailvorlage	

Pharmacopöe

Pharmacopöe	USP
-------------	-----

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	15
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Dezimalstellen der Resultate

Retentionszeit	2	Halbwertsbreite	2
Höhe	3	Höhenanteil	3
Fläche	3	Flächenanteil	3
Kapazitätsfaktor	3	Auflösung	3
Trennstufenzahl	0	Trennstufenzahl pro Meter	0
Gaussfaktor	3	Asymmetrie	3
Konzentration	3	Konzentrationsanteil	3
Standardkonzentration	3	Peakstart	2
Peakende	2	a(0,044)	2
b(0,044)	2	a(0,05)	2
b(0,05)	2	a(0,10)	2
b(0,10)	2	a(0,134)	2
b(0,134)	2	a(0,324)	2
b(0,324)	2	a(0,50)	2
b(0,50)	2	a(0,61)	2
b(0,61)	2	Basisbreite	2
Hva	2	Hvb	2
P/T-Verhältnis A	2	P/T-Verhältnis B	2
k(0)	6	k(1)	6
k(2)	6	k(3)	6
Korrelationskoeffizient	6	Prozentuale Standardabweichung	
3			
Mittelwert X	3	Mittelwert Y	
3			
Standardabweichung X	3	Reststandardabweichung Y	
3			
Wiederfindungsrate	3	Wiederfindungsrate (Aufstockung)	
3			

Datenbank

eichung 6-2008

Überwachung

RS.FFIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Fluorid im Kontrollstandard außerhalb der
vorgegebenen Grenzen!

RS.CICIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	16
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Meldung Chlorid im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.NaNaIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Natrium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.KKIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Kalium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.CaCaIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Calcium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.MgMgIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Magnesium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.NNO2IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,824
/100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,
07599/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,824
/100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,
07599/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Nitrit im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.NNO3IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,354

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	17
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

		/100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0,05643/100;0))
	Obere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,354 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0,05643/100;0))
	Einheit	mg/L
	Meldung	Nitrat im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!
RS.SSO4IC2-1		
	Untere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0,08333/100;0))
	Obere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0,08333/100;0))
	Einheit	mg/L
	Meldung	Sulfat im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!
RS.PPO4IC2-1		
	Untere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,954 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0,08143/100;0))
	Obere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,954 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0,08143/100;0))
	Einheit	mg/L
	Meldung	Phosphat im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!
RS.NNH4IC2-1		
	Untere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,555 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0,07776/100;0))
	Obere Grenze	=Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,555 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0,07776/100;0))
	Einheit	mg/L
	Meldung	Ammonium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

Benutzerdefinierte Resultate

FFIC2-1	
Resultattyp	Einzelresultat
Formel	= Case('RS.Anions hoch.F.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze F'; 'RS.Anions hoch.F.CONC' ; case(error("RS.Anionen tief.F.CONC") =0;'RS.Anionen tief.F.CONC';"0";"0") ;0)
Einheit	mg/L

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	18
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Dezimalstellen
Beschreibung

3

CICLIC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.Cl.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Cl' ;
'RS.Anions hoch.Cl.CONC' ;case(error('RS.Anionen tief.Cl.CONC')
=0;'RS.Anionen tief.Cl.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

NNO2IC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.NO2-N.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
NO2-N' ;'RS.Anions hoch.NO2-N.CONC' ; case(error('RS.Anionen
tief.NO2-N.CONC')=0;'RS.Anionen tief.NO2-N.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

NNO3IC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.NO3-N.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
NO3-N' ; 'RS.Anions hoch.NO3-N.CONC' ; case(Error('RS.Anionen
tief.NO3-N.CONC')=0;'RS.Anionen tief.NO3-N.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

SSO4IC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.SO4-S.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
SO4-S' ; 'RS.Anions hoch.SO4-S.CONC' ;case(error('RS.Anionen
tief.SO4-S.CONC')=0;'RS.Anionen tief.SO4-S.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

PPO4IC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.PO4-P.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
PO4-P' ; 'RS.Anions hoch.PO4-P.CONC' ; case(error('RS.Anionen
tief.PO4-P.CONC')=0;'RS.Anionen tief.PO4-P.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

NaNalC2-1
Resultattyp

Einzelresultat

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	19
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na						
AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Formel = Case('RS.Kationen hoch.Na.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Na'
; 'RS.Kationen hoch.Na.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.Na.
CONC')=0;'RS.Kationen tief.Na.CONC';"";"0") ;0)

Einheit mg/L

Dezimalstellen 3

Beschreibung

NNH4IC2-1
Resultattyp Einzelresultat
Formel = Case('RS.Kationen hoch.NH4-N.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
NH4-N' ; 'RS.Kationen hoch.NH4-N.CONC' ; case(error('RS.
Kationen tief.NH4-N.CONC')=0;'RS.Kationen tief.NH4-
N.CONC';"";"0") ;0)

Einheit mg/L

Dezimalstellen 3

Beschreibung

KKIC2-1
Resultattyp Einzelresultat
Formel = Case('RS.Kationen hoch.K.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze K' ;
'RS.Kationen hoch.K.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.K.
CONC')=0;'RS.Kationen tief.K.CONC';"";"0") ;0)

Einheit mg/L

Dezimalstellen 3

Beschreibung

CaCaIC2-1
Resultattyp Einzelresultat
Formel = Case('RS.Kationen hoch.Ca.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Ca'
; 'RS.Kationen hoch.Ca.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.Ca.
CONC')=0;'RS.Kationen tief.Ca.CONC';"";"0") ;0)

Einheit mg/L

Dezimalstellen 3

Beschreibung

MgMgIC2-1
Resultattyp Einzelresultat
Formel = Case('RS.Kationen hoch.Mg.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
Mg' ; 'RS.Kationen hoch.Mg.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.
Mg.CONC')=0;'RS.Kationen tief.Mg.CONC';"";"0") ;0)

Einheit mg/L

Dezimalstellen 3

Beschreibung

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.1	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.1	20
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na AAXIC2.1 = NH ₄ , NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Methodeneigenschaften

Probedaten

Name	Fixwert	Untere Grenze	Obere
Grenze			
Ident			
Probentyp			
Position			
Injektionen	1		
Volumen	20		
Verdünnung	1		
Probenmenge			
Info 1			

Unterschriftenliste Methode

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S18.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP14.1	1
MMgesICP14.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Datum: 01. 10. 2006

Geräteparameter für ICP iCAP 6500 (Thermo Fisher) für die Methode ANULLSM

ANALYSIS PREFERENCES REPORT

Analysis Preferences					
Sample Options	# Repeats:	3			
	Delay Time:	0,0 seconds			
	Sample Flush Time:	80 seconds			
Source	Light Source:	ICAP			
	Plasma View:	Axial			
Analysis Maximum	Low WL Range	Axial	1	Radial	5
Integration Times (sec)	High WL Range:	Axial	30	Radial	10
Calibration Mode	Concentration				
Trailing Full Frame Options	Intelli-Frame:	Yes			
	Max Integration Time (sec):	30			
	WL Range:	Low			
	View:	Axial			
Auto-Increment Sample Names:		Yes			
Use Sample Weight Corrections:		No			
Source Settings					
Nebulizer Pump	Flush Pump Rate (rpm):	40			
	Analysis Pump Rate (rpm):	40			
	Pump Relaxation Time (sec)	0			
	Pump Tubing Type:	Tygon Orange/White			
RF Power:	1150	W			
Nebulizer Flow:	0,60	L/min			
Auxiliary Gas:	0,5	L/min			

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S18.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP14.1	2
MMgesICP14.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

SEQUENCE AUTOMATION REPORT

Sequence Automation Report

Initial Actions

Operation

Calibrate
K25

Failure Actions

None
None

At the end of the 'Initial Actions' phase halt sequence on any QC failure?

No

Continuing Actions

Operation

K25

Failure Actions

Standardize, Re-Check QC

Frequency

7

End Actions

Operation

K25

Failure Actions

None

At the end of the 'End Actions' phase invalidate data on any QC failure?

No

Global QC Properties

Number of lines to fail a QC sample :

1

Maximum QC visits per tube location :

12

Re-Run QC failed lines only? :

Yes

Continue on second QC failure? :

Yes

Sound alarm on first QC failure? :

No

Sound alarm on second QC failure? :

No

Rinse Actions

Standard rinse time :

1 seconds

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S18.1	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP14.1	3
für MMgesICP14.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn					

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	Left Background			Right Background		
					?	Location	Width	?	Location	Width
Al 308,215 {109}	20	1	9	3	☒	5	2	☒	19	2
Cd 214,438 {157}	20	1	10	2	☒	1	2	☒	19	2
Co 228,616 {148}	20	1	10	3	☒	1	2	☒	19	2
Cr 205,552 {164}	20	1	10	3	☒	1	1	☒	19	2
Cu 324,754 {104}	20	1	10	3	☒	3	1	☐	19	1
Ni 231,604 {146}	20	1	9	3	☒	1	1	☒	19	2
Pb 220,353 {153}	20	1	10	3	☒	5	2	☒	15	2
Ti 351,084 { 96}	20	1	10	2	☒	6	1	☒	16	1
Y 377,433 { 89}*	20	1	10	2	☒	1	2	☒	19	2
Zn 213,856 {158}	20	1	9	3	☒	1	2	☒	18	2

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards					
	Blank		SM 1		IEC 1	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Al 308,215 {109}	☒	0	☐		☒	4
Cd 214,438 {157}	☒	0	☒	20	☐	
Co 228,616 {148}	☒	0	☒	20	☐	
Cr 205,552 {164}	☒	0	☒	20	☐	
Cu 324,754 {104}	☒	0	☒	40	☐	
Ni 231,604 {146}	☒	0	☒	20	☐	
Pb 220,353 {153}	☒	0	☒	40	☐	
Ti 351,084 { 96}	☒	0	☐		☒	4
Y 377,433 { 89}*	☒	0	☒	0	☐	
Zn 213,856 {158}	☒	0	☒	250	☐	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S18.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP14.1	4
MMgesICP14.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

INTER-ELEMENT REPORT

Element, Wavelength and Order	Use?	# IECs	IEC	k1	k2	Calc-in-fit?
Al 308,215 {109}	☒	None				
Cd 214,438 {157}	☒	None				
Co 228,616 {148}	☒	1	Ti	1,906900	0,000000	No
Cr 205,552 {164}	☐	None				
Cu 324,754 {104}	☒	None				
Ni 231,604 {146}	☐	None				
Pb 220,353 {153}	☒	1	Al	-0,127700	0,000000	No
Ti 351,084 { 96}	☒	None				
Y 377,433 { 89}*	☒	None				
Zn 213,856 {158}	☒	None				

QUALITY-CHECK REPORT

Type	Name	Units	Check?	Element, Wavelength and Order	Low Fail	Low Warn	Value / Spike	High Warn	High Fail	QC Norm
QC	K25	Rel(%)	☐	Al 308,215 {109}	-3,000	-2,000	2,000	2,000	3,000	None
			☒	Cd 214,438 {157}	-3,000	-2,000	20,000	2,000	3,000	None
			☒	Co 228,616 {148}	-3,000	-2,000	20,000	2,000	3,000	None
			☒	Cr 205,552 {164}	-3,000	-2,000	20,000	2,000	3,000	None
			☒	Cu 324,754 {104}	-3,000	-2,000	20,000	2,000	3,000	None
			☒	Ni 231,604 {146}	-3,000	-2,000	20,000	2,000	3,000	None
			☒	Pb 220,353 {153}	-3,000	-2,000	50,000	2,000	3,000	None
			☐	Ti 351,084 { 96}	-3,000	-2,000	2,000	2,000	3,000	None
			☐	Y 377,433 { 89}*	-3,000	-2,000	2,000	2,000	3,000	None
			☒	Zn 213,856 {158}	-3,000	-2,000	100,000	2,000	3,000	None

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S19.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP15.1	1
MMgesICP15.1 = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Zn						

Datum: 01. 01. 2007

Geräteparameter für ICP iCAP 6500 (Thermo Fisher) für die Methoden ANULL, ANULLIC, EXT1:2H2O1.1, GBL1.1, UFBL1.1, DAN1.1Pflanze, DAN2.2Pflanze, KOMPAL1.1

ANALYSIS PREFERENCES REPORT

Analysis Preferences				
Sample Options	# Repeats:	3		
	Delay Time:	0,0 seconds		
	Sample Flush Time:	35 seconds		
Source	Light Source:	ICAP		
	Plasma View:	Line Selection		
Analysis Maximum	Low WL Range	Axial	10	Radial
Integration Times (sec)	High WL Range:	Axial	20	Radial
Calibration Mode	Concentration			
Trailing Full Frame Options	Intelli-Frame:	Yes		
	Max Integration Time (sec):	30		
	WL Range:	Low		
	View:	Axial		
Auto-Increment Sample Names:		Yes		
Use Sample Weight Corrections:		No		
Source Settings				
Nebulizer Pump	Flush Pump Rate (rpm):	90		
	Analysis Pump Rate (rpm):	50		
	Pump Relaxation Time (sec)	15		
	Pump Tubing Type:	Tygon Orange/White		
RF Power:	1150	W		
Nebulizer Flow:	0,55	L/min		
Auxiliary Gas:	0,5	L/min		

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S19.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP15.1	2
MMgesICP15.1 = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Zn						

SEQUENCE AUTOMATION REPORT

Sequence Automation Report

Initial Actions

<u>Operation</u>	<u>Failure Actions</u>
Calibrate	None
K26	None

At the end of the 'Initial Actions' phase halt sequence on any QC failure? No

Continuing Actions

<u>Operation</u>	<u>Failure Actions</u>	<u>Frequency</u>
K26	Standardize, Re-Check QC	15

End Actions

<u>Operation</u>	<u>Failure Actions</u>
K26	None

At the end of the 'End Actions' phase invalidate data on any QC failure? No

Global QC Properties

Number of lines to fail a QC sample :	1
Maximum QC visits per tube location :	10
Re-Run QC failed lines only? :	No
Continue on second QC failure? :	Yes
Sound alarm on first QC failure? :	No
Sound alarm on second QC failure? :	No

Rinse Actions

Standard rinse time :	1 seconds
-----------------------	-----------

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S19.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP15.1	3
MMgesICP15.1 = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Zn						

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	Left Background			Right Background		
					?	Location	Width	?	Location	Width
Al 167,079 {502}	20	3	9	3	☒	1	2	☒	15	2
Al 308,215 {109}	12	3	6	2	☒	1	2	☒	11	2
Ba 455,403 { 74}	20	2	10	3	☒	1	2	☒	19	2
Ca 317,933 {106}	20	2	9	3	☒	1	2	☒	19	2
Ca 396,847 { 85}	19	2	9	2	☒	1	2	☒	16	2
Cd 214,438 {157}	20	1	10	3	☒	3	1	☒	15	1
Co 228,616 {148}	20	1	10	2	☒	1	1	☒	19	2
Cr 205,552 {164}	20	1	11	2	☒	7	1	☒	18	1
Cu 324,754 {104}	20	1	9	3	☒	2	1	☒	15	1
Fe 238,204 {141}	20	1	9	3	☒	1	2	☒	19	2
Fe 238,204 {141}2	20	1	9	3	☒	1	2	☒	19	2
K 766,490 { 44}	20	1	10	3	☒	5	1	☒	15	1
Mg 285,213 {118}	20	1	10	3	☒	1	2	☒	19	2
Mg 285,213 {118}2	20	1	10	3	☒	1	2	☒	19	2
Mn 260,569 {129}	20	1	10	3	☒	1	1	☒	19	2
Mn 293,930 {115}	20	3	10	3	☒	1	2	☒	19	2
Na 589,592 { 57}	20	1	10	3	☒	6	1	☒	16	2
Ni 231,604 {146}	20	1	10	3	☒	3	2	☒	19	2
P 213,618 {158}	20	3	10	3	☒	1	1	☒	16	1
Pb 220,353 {153}	20	2	10	2	☒	5	2	☒	15	2
S 182,034 {485}	20	3	10	2	☒	1	2	☒	19	2
Ti 334,941 {101}	20	1	10	3	☒	1	1	☒	19	2
Zn 213,856 {158}	20	1	10	3	☒	1	2	☒	19	2

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S19.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP15.1	4
MMgesICP15.1 = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Zn						

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards											
	Blank		DAN 1		DAN 2		DAN 3		DAN 4		DAN 5	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Al 167,079 {502}	☒	0	☐	20	☒	0,4	☐	2	☐	10	☐	5
Al 308,215 {109}	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
Ba 455,403 { 74}	☒	0	☐		☒	1	☐		☐		☐	
Ca 317,933 {106}	☒	0	☒	4	☒	10	☒	0,4	☒	20	☒	40
Ca 396,847 { 85}	☒		☐		☐		☒		☐		☐	
Cd 214,438 {157}	☒	0	☒	20	☒	10	☒	30	☒	40	☐	
Co 228,616 {148}	☒	0	☒	40	☒	20	☒	80	☒	60	☐	
Cr 205,552 {164}	☒	0	☒	40	☒	20	☒	60	☒	80	☐	
Cu 324,754 {104}	☒	0	☒	100	☒	200	☒	300	☒	400	☐	
Fe 238,204 {141}	☒	0	☒	1	☒	0,4	☒	2	☐	4	☐	6
Fe 238,204 {141}2	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
K 766,490 { 44}	☒	0	☒	5	☒	30	☒	20	☒	0,5	☒	10
Mg 285,213 {118}	☒	0	☐	20	☒	0,4	☒	2	☐	10	☒	5
Mg 285,213 {118}2	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
Mn 260,569 {129}	☒	0	☒	1	☐	10	☐	5	☒	0,4	☒	2
Mn 293,930 {115}	☒		☒		☒		☒		☒		☒	
Na 589,592 { 57}	☒	0	☒	20	☒	5	☒	1	☒	30	☒	10
Ni 231,604 {146}	☒	0	☒	40	☒	20	☒	60	☒	80	☐	
P 213,618 {158}	☒	0	☒	1	☒	5	☒	10	☒	20	☒	15
Pb 220,353 {153}	☒	0	☐		☒	200	☐		☒	400	☐	
S 182,034 {485}	☒	0	☒	5	☐		☒	20	☐		☒	10
Ti 334,941 {101}	☒	0	☐		☐		☒	1	☐		☐	
Zn 213,856 {158}	☒	0	☒	100	☒	300	☒	600	☒	1000	☐	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S19.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP15.1	5
MMgesICP15.1 = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Zn						

INTER-ELEMENT REPORT

Element, Wavelength and Order	Use?	# IECs	IEC	k1	k2	Calc-in-fit?
Al 167,079 {502}	☒	1	Fe	0,001456	0,000000	No
Al 308,215 {109}	☒	None				
Ba 455,403 { 74}	☒	None				
Ca 317,933 {106}	☒	None				
Ca 396,847 { 85}	☒	None				
Cd 214,438 {157}	☒	1	Fe	0,025543	0,000000	No
Co 228,616 {148}	☒	1	Ti	2,193540	0,000000	No
Cr 205,552 {164}	☐	None				
Cu 324,754 {104}	☐	1	Fe	0,049305	0,000000	No
Fe 238,204 {141}	☐	None				
Fe 238,204 {141}2	☐	None				
K 766,490 { 44}	☒	None				
Mg 285,213 {118}	☐	None				
Mg 285,213 {118}2	☐	None				
Mn 260,569 {129}	☐	None				
Mn 293,930 {115}	☒	None				
Na 589,592 { 57}	☒	None				
Ni 231,604 {146}	☒	None				
P 213,618 {158}	☒	None				
Pb 220,353 {153}	☒	1	Al	-0,221307	0,000000	No
S 182,034 {485}	☒	None				
Ti 334,941 {101}	☒	None				
Zn 213,856 {158}	☒	1	Fe	0,105275	0,000000	No

Sammelanhang
S19.1

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP15.1	6
MMgesICP15.1 = Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Zn				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S20.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP16.1	1
MMgesICP16.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn						

Datum: 01. 2. 2007

Geräteparameter für ICP iCAP 6500 (Thermo Fisher) für die Methoden DAN1.1Humus, DAN2.2Humus, DANF1.1Boden, DANF1.1Humus, OAKW1.1Boden, OAKW1.1Humus, OAKWEG1.1, DAN1.1Boden

ANALYSIS PREFERENCES REPORT

Analysis Preferences					
Sample Options	# Repeats:	3			
	Delay Time:	0,0 seconds			
	Sample Flush Time:	35 seconds			
Source	Light Source:	ICAP			
	Plasma View:	Line Selection			
Analysis Maximum	Low WL Range	Axial	10	Radial	10
Integration Times (sec)	High WL Range:	Axial	20	Radial	20
Calibration Mode	Concentration				
Trailing Full Frame Options	Intelli-Frame:	Yes			
	Max Integration Time (sec):	30			
	WL Range:	Low			
	View:	Axial			
Auto-Increment Sample Names:		No			
Use Sample Weight Corrections:		No			
Source Settings					
Nebulizer Pump	Flush Pump Rate (rpm):	75			
	Analysis Pump Rate (rpm):	45			
	Pump Relaxation Time (sec)	25			
	Pump Tubing Type:	Tygon Orange/White			
RF Power:	1150	W			
Nebulizer Flow:	0,60	L/min			
Auxiliary Gas:	0,5	L/min			

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S20.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP16.1	2
MMgesICP16.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn						

SEQUENCE AUTOMATION REPORT

Sequence Automation Report

Initial Actions

Operation

Calibrate

K24

Failure Actions

None

None

At the end of the 'Initial Actions' phase halt sequence on any QC failure? No

Continuing Actions

Operation

K24

Failure Actions

Standardize, Re-Check QC

Frequency

12

End Actions

Operation

K24

Failure Actions

None

At the end of the 'End Actions' phase invalidate data on any QC failure? No

Global QC Properties

Number of lines to fail a QC sample : 1
Maximum QC visits per tube location : 10
Re-Run QC failed lines only? : No
Continue on second QC failure? : Yes
Sound alarm on first QC failure? : No
Sound alarm on second QC failure? : No

Rinse Actions

Standard rinse time : 1 seconds

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S20.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP16.1	3
MMgesICP16.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn						

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	Left Background			Right Background		
					?	Location	Width	?	Location	Width
Al 167,079 {502}	20	3	9	3	☒	1	2	☒	19	2
Al 308,215 {109}	12	2	6	2	☒	1	1	☒	11	2
Al 308,215 {109}2	12	2	6	2	☒	1	1	☒	11	2
As 189,042 {478}	20	3	10	2	☒	1	2	☒	19	2
Ba 455,403 { 74}	20	2	10	3	☒	1	2	☒	16	2
Ca 315,887 {107}	20	1	9	3	☒	1	2	☒	19	2
Ca 315,887 {107}2	20	1	9	3	☒	1	2	☒	19	2
Ca 396,847 { 85}	20	3	10	2	☒	1	2	☒	16	1
Cd 228,802 {147}	20	1	10	3	☒	6	1	☒	17	2
Co 228,616 {148}	20	1	10	2	☒	1	2	☒	19	2
Cr 205,552 {164}	20	1	11	2	☒	6	1	☒	19	1
Cu 324,754 {104}	20	1	9	3	☒	3	1	☒	15	1
Fe 238,204 {141}	20	1	9	3	☒	1	1	☒	19	2
Fe 238,204 {141}2	20	1	9	3	☒	1	1	☒	19	2
Fe 238,204 {141}3	20	1	9	3	☒	1	1	☒	19	2
K 766,490 { 44}	20	1	10	3	☒	5	1	☒	16	1
Mg 279,079 {121}	20	1	10	3	☒	1	1	☒	17	1
Mg 285,213 {118}	20	1	10	3	☒	1	1	☒	17	2
Mn 260,569 {129}	20	2	10	3	☐	1	1	☒	19	2
Mn 293,930 {115}	20	2	10	3	☒	1	2	☒	19	2
Na 589,592 { 57}	20	1	10	3	☒	4	2	☒	16	2
Ni 231,604 {146}	20	1	10	3	☒	5	1	☒	17	2
P 213,618 {158}	20	3	10	3	☒	3	1	☒	15	1
Pb 220,353 {153}	20	1	10	2	☒	5	2	☒	15	2
S 182,034 {485}	20	3	10	2	☒	1	2	☒	19	2
Ti 337,280 {100}2	20	1	9	3	☒	4	2	☒	15	1
Zn 213,856 {158}	20	3	10	3	☒	1	2	☒	15	1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S20.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP16.1	4
MMgesICP16.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn						

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards									
	Blank		OAKW 1		OAKW 2		OAKW 3		OAKW 4	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Al 167,079 {502}	☒	0	☒	2	☐	20	☐	40	☐	100
Al 308,215 {109}	☒		☒		☒		☐		☐	
Al 308,215 {109}2	☒		☒		☒		☒		☒	
As 189,042 {478}	☒	0	☐		☐		☐		☒	500
Ba 455,403 { 74}	☒	0	☐		☒	4	☐		☐	
Ca 315,887 {107}	☒	0	☒	20	☒	40	☒	1	☐	100
Ca 315,887 {107}2	☒		☒		☒		☒		☒	
Ca 396,847 { 85}	☒		☐		☐		☒		☐	
Cd 228,802 {147}	☒	0	☒	50	☒	100	☒	150	☐	
Co 228,616 {148}	☒	0	☒	100	☒	200	☐		☐	
Cr 205,552 {164}	☒	0	☒	100	☒	200	☒	300	☐	
Cu 324,754 {104}	☒	0	☒	100	☒	200	☒	300	☐	
Fe 238,204 {141}	☒	0	☒	2	☐	20	☐	100	☐	40
Fe 238,204 {141}2	☒		☒		☒		☒		☒	
Fe 238,204 {141}3	☒		☒		☒		☒		☒	
K 766,490 { 44}	☒	0	☒	5	☒	1	☒	40	☒	20
Mg 279,079 {121}	☒	0	☒	10	☒	2	☒	40	☒	20
Mg 285,213 {118}	☒		☒		☒		☐		☐	
Mn 260,569 {129}	☒	0	☒	2	☐	10	☐	20	☐	
Mn 293,930 {115}	☒		☒		☒		☒		☐	
Na 589,592 { 57}	☒	0	☒	2	☒	10	☒	20	☐	
Ni 231,604 {146}	☒	0	☒	100	☒	200	☐		☐	
P 213,618 {158}	☒	0	☒	2	☒	10	☒	20	☐	
Pb 220,353 {153}	☒	0	☐		☒	2000	☐		☐	
S 182,034 {485}	☒	0	☒	2	☐		☒	20	☐	
Ti 337,280 {100}2	☒	0	☐		☐		☒	8	☒	2
Zn 213,856 {158}	☒	0	☒	400	☒	800	☒	1200	☐	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S20.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP16.1	5
MMgesICP16.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn						

INTER-ELEMENT REPORT

Element, Wavelength and Order	Use?	# IECs	IEC	k1	k2	Calc-in-fit?
Al 167,079 {502}	☒	1	Fe	0,001296	0,000000	No
Al 308,215 {109}	☐	None				
Al 308,215 {109}2	☐	None				
As 189,042 {478}	☒	1	Fe	-0,001458	0,000000	No
Ba 455,403 { 74}	☐	None				
Ca 315,887 {107}	☐	None				
Ca 315,887 {107}2	☐	None				
Ca 396,847 { 85}	☐	None				
Cd 228,802 {147}	☒	1	As	0,011000	0,000000	No
Co 228,616 {148}	☒	1	Ti	1,850000	0,000000	No
Cr 205,552 {164}	☐	None				
Cu 324,754 {104}	☐	1	Fe	0,000000	0,000000	No
Fe 238,204 {141}	☐	None				
Fe 238,204 {141}2	☐	None				
Fe 238,204 {141}3	☐	None				
K 766,490 { 44}	☐	None				
Mg 279,079 {121}	☐	None				
Mg 285,213 {118}	☐	None				
Mn 260,569 {129}	☐	None				
Mn 293,930 {115}	☐	None				
Na 589,592 { 57}	☐	None				
Ni 231,604 {146}	☐	None				
P 213,618 {158}	☐	None				
Pb 220,353 {153}	☒	2	Al	-0,075883	0,000000	No
			Fe	0,046068	0,000000	No
S 182,034 {485}	☐	None				
Ti 337,280 {100}2	☐	None				
Zn 213,856 {158}	☒	1	Fe	0,101110	0,000000	No

Sammelanhang
S20.1

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP16.1	6
MMgesICP16.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn				

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S21.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP17.1	1
MMgesICP17.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

Datum: 01.10.2006

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methode EDTA

ANALYSIS PREFERENCES REPORT

Analysen-Voreinstellungen			
Proben-Optionen	# Einzelwerte:	4	
	Verzögerungs-Zeit:	0.0 Sekunden	
	Vorspülzeit:	90 Sekunden	
Quelle	Emiss.-Quelle:	ICAP	
	Probeneinfuhr	Zerstäubung	
	Probentrigger	Keine	
Max. Analyse-Integrationszeit (Sek)	Tiefer WL-Bereich:	20	
	Hoher WL-Bereich:	10	
Kalibrationsmodus	Konzentration		
Optionen: Anhängen von Full Frames	Intelli-Frame:	Ja	
	Max Integr.-Zeit (Sek):	30	
	Spalt:	UV	
Auto-inkrement Probenamen:		Ja	
nur Probenmasse eingeben:		Nein	
Manuelle Plasma-Bedingungen:		Nein	
Plasma-Einstellungen			
Zerstäuber-Pump.	Spül-Pumprate (U/min):	80	1.48 ml/min
	Anal.-Pumprate (U/min):	80	1.48 ml/min
	Pumprelax.-Zeit (Sek):	0	
	Pumpenschlauch-Typ:	Tygon-Orange	
HF-Leistung:	1350	W	
Zerstäubergas:	30.1	PSI	
Hilfs-Gas:	1.5	lpm	
Alternativ-Gas:	0		

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S21.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP17.1	2
MMgesICP17.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

SEQUENCE AUTOMATION REPORT

Sequenzautomations- Report

Initial-Aktionen

<u>Operation</u>	<u>Aktionen nach Mißerfolg</u>
Standardisieren	Keine
K23	Keine

Am Ende der 'Initial-Aktionen'-Phase Sequenz bei jedem QC-Versagen anhalten **Nein**

Fortsetzungsaktionen

<u>Operation</u>	<u>Aktionen nach Mißerfolg</u>	<u>Frequenz</u>
K23	Standardisieren, Recheck QC	10

End-Aktionen

<u>Operation</u>	<u>Aktionen nach Mißerfolg</u>
K23	Keine

Am Ende der 'End-Aktionen'-Phase bei jedem QC-Versagen die Daten ungültig **Nein**

Globale QC-Eigenschaften

Zahl der Linien für eine erfolglose QC-Probe? :	1
Maximale Zugriffe je QC-Probengefäß :	12
Neumessung nur der erfolglosen QC-Linien? :	Ja
Fortsetzen beim 2. QC-Versagen? :	Ja
Alarmmeldung beim ersten QC-Versagen? :	Nein
Alarmmeldung beim zweiten QC-Versagen? :	Nein

Spülaktionen

Standard-Spülzeit :	1 Sekunden
---------------------	------------

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S21.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP17.1	3
MMgesICP17.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wellenlänge und Ordnung	Subarray- Breite	Subarray- Höhet	Aufnahmepo- sition	Aufnahmebr- eite	Linker Untergrund			Rechter Untergrund		
					?	Lage	Breite	?	Lage	Breite
Al 266.039 {126}	21	3	10	4	☒	1	2	☒	18	2
Cd 214.438 {157}	21	2	10	3	☒	1	1	☒	16	1
Co 228.616 {147}	21	2	11	3	☒	3	1	☒	21	1
Cr 205.552 {163}	21	2	10	3	☒	1	2	☒	16	1
Cu 324.754 {103}	21	2	11	2	☒	7	1	☐	14	1
Fe 217.809 {154}	21	2	10	3	☒	1	1	☒	21	1
Ni 231.604 {145}	21	2	10	3	☐	3	1	☒	16	1
Pb 220.353 {152}	21	1	10	3	☒	4	2	☒	18	1
Ti 334.941 {100}	21	2	10	3	☒	1	2	☒	21	1
Zn 213.856 {157}	21	3	10	2	☒	1	1	☒	21	1

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wellenlänge und Ordnung	Kalibrationsstandards					
	Blank		EDTA 1		EDTA 2	
	?	Konz.	?	Konz.	?	Konz.
Al 266.039 {126}	☒	0	☐		☒	50
Cd 214.438 {157}	☒	0	☒	1000	☐	
Co 228.616 {147}	☒	0	☒	2000	☐	
Cr 205.552 {163}	☒	0	☒	2000	☐	
Cu 324.754 {103}	☒	0	☒	2000	☐	
Fe 217.809 {154}	☒	0	☐		☒	50
Ni 231.604 {145}	☒	0	☒	2000	☐	
Pb 220.353 {152}	☒	0	☒	10000	☐	
Ti 334.941 {100}	☒	0	☐		☒	10
Zn 213.856 {157}	☒	0	☒	5000	☐	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S21.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP17.1	4
MMgesICP17.1 = Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn						

INTER-ELEMENT REPORT

Element, Wellenlänge und Ordnung	Use?	# IECs	IEC	k1	k2	Kalk-in-Reg.?
Al 266.039 {126}	☐	Keine				
Cd 214.438 {157}	☒	1	Fe	0.003300	0.000000	Nein
Co 228.616 {147}	☒	1	Ti	1.907800	0.000000	Nein
Cr 205.552 {163}	☒	Keine				
Cu 324.754 {103}	☐	Keine				
Fe 217.809 {154}	☐	Keine				
Ni 231.604 {145}	☒	Keine				
Pb 220.353 {152}	☒	1	Al	-0.397700	0.000200	Nein
Ti 334.941 {100}	☐	Keine				
Zn 213.856 {157}	☒	1	Fe	0.082453	-0.000058	Nein

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S22.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP18.1	1
MMgesICP18.1 = Al, Fe						

Datum: 01.10.2006

Geräteparameter für ICP Iris Advantage (Thermo Fisher) für die Methode Oxalateextrakt

ANALYSIS PREFERENCES REPORT

Analysen-Voreinstellungen			
Proben-Optionen	# Einzelwerte:	4	
	Verzögerungs-Zeit:	0.0 Sekunden	
	Vorspülzeit:	120 Sekunden	
Quelle	Emiss.-Quelle:	ICAP	
	Probeneinfuhr	Zerstäubung	
	Probentrigger	Keine	
Max. Analyse-Integrationszeit (Sek)	Tiefer WL-Bereich:	5	
	Hoher WL-Bereich:	10	
Kalibrationsmodus	Konzentration		
Optionen: Anhängen von Full Frames	Intelli-Frame:	Ja	
	Max Integr.-Zeit (Sek):	30	
	Spalt:	UV	
Auto-inkrement Probenamen:		Ja	
nur Probenmasse eingeben:		Nein	
Manuelle Plasma-Bedingungen:		Nein	
Plasma-Einstellungen			
Zerstäuber-Pump.	Spül-Pumprate (U/min):	100	1.85 ml/min
	Anal.-Pumprate (U/min):	100	1.85 ml/min
	Pumprelax.-Zeit (Sek):	0	
	Pumpenschlauch-Typ:	Tygon-Orange	
HF-Leistung:	1150	W	
Zerstäubergas:	30.0	PSI	
Hilfs-Gas:	1.0	lpm	
Alternativ-Gas:	0		

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S22.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP18.1	2
MMgesICP18.1 = Al, Fe						

SEQUENCE AUTOMATION REPORT

Sequenzautomations- Report

Initial-Aktionen

<u>Operation</u>	<u>Aktionen nach Mißerfolg</u>
Standardisieren	Keine
K5	Keine

Am Ende der 'Initial-Aktionen'-Phase Sequenz bei jedem QC-Versagen anhalten **Nein**

Fortsetzungsaktionen

<u>Operation</u>	<u>Aktionen nach Mißerfolg</u>	<u>Frequenz</u>
K5	Standardisieren, Recheck QC	10

End-Aktionen

<u>Operation</u>	<u>Aktionen nach Mißerfolg</u>
K5	Keine

Am Ende der 'End-Aktionen'-Phase bei jedem QC-Versagen die Daten ungültig **Nein**

Globale QC-Eigenschaften

Zahl der Linien für eine erfolglose QC-Probe? :	1
Maximale Zugriffe je QC-Probengefäß :	8
Neumessung nur der erfolglosen QC-Linien? :	Ja
Fortsetzen beim 2. QC-Versagen? :	Ja
Alarmmeldung beim ersten QC-Versagen? :	Nein
Alarmmeldung beim zweiten QC-Versagen? :	Nein

Spülaktionen

Standard-Spülzeit :	10 Sekunden
---------------------	-------------

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S22.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP18.1	3
MMgesICP18.1 = Al, Fe						

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wellenlänge und Ordnung	Subarray- Breite	Subarray- Höhet	Aufnahmepo- sition	Aufnahmebr- eite	Linker Untergrund			Rechter Untergrund		
					?	Lage	Breite	?	Lage	Breite
Al 237.312 {142}	21	3	10	4	☒	1	1	☒	21	1
Al 308.215 {109}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	16	2
Fe 238.204 {141}	21	3	10	3	☒	5	2	☒	18	2
Fe 271.441 {124}	21	3	11	3	☒	1	1	☒	21	1

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wellenlänge und Ordnung	Kalibrationsstandards					
	Ox 0		Ox 1		Ox 2	
	?	Konz.	?	Konz.	?	Konz.
Al 237.312 {142}	☒	0	☒	10	☒	50
Al 308.215 {109}	☒		☒		☐	
Fe 238.204 {141}	☒	0	☒	10	☐	50
Fe 271.441 {124}	☒		☒		☒	