



Warum immer mehr Flammen-AAS-Nutzer zur ICP-OES wechseln

Einführung

Die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS oder Flammen-AAS) und die Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) stellen zwei seit vielen Jahren etablierte Technologien dar, die in einer Vielzahl von analytischen Anwendungen eingesetzt werden. Allerdings war ein ICP-OES-Gerät bislang meist deutlich teurer als ein AAS. Für viele Nutzer, die ein besonderes Augenmerk auf den Kostenaspekt legen mussten, kam daher bislang für eine Vielzahl an Anwendungen nur ein AAS-Gerät in Frage.

Seit einiger Zeit haben sich die preislichen Rahmenbedingungen allerdings geändert. Unter anderem aufgrund von effizienteren

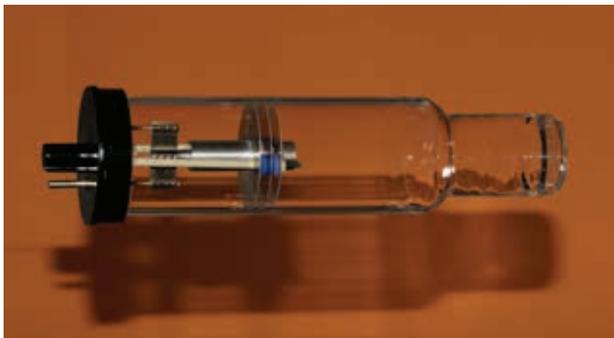
Herstellungsmethoden ist es nun möglich, ein ICP-OES zu einem Preis zu erwerben, der kaum höher liegt als der eines AAS-Geräts (ein typisches Beispiel ist hier das SPECTRO GENESIS ICP-OES). Aus diesem Grund erwägen nun immer mehr Nutzer, für die bislang nur die AAS-Technologie in Frage kam, sich beim nächsten Kauf eines Analysegeräts für ein ICP-OES zu entscheiden.

Dieses Whitepaper umreißt kurz die konventionellen Flammen-AAS- und ICP-OES-Technologien und vergleicht sie miteinander, sodass die Nutzer auf dieser Grundlage das Analysegerät auswählen können, das für sie am besten geeignet ist.

Grundprinzipien

Die AAS-Technologie arbeitet nach dem Prinzip der Atomabsorption, bei der eine Flamme zur Atomisierung einer Probe verwendet wird. Die meisten AAS-Instrumente verwenden Luft/Acetylen-Flammen, die Temperaturen von bis zu 2.300° C erzeugen, oder Lachgas-/Acetylen-Flammen, welche Temperaturen von bis zu 2.900° C ermöglichen.

Bei diesem Verfahren wird eine in Flüssigkeit gelöste Probe zu einem Aerosol zerstäubt und der Flamme zugeführt. Die durch die Flamme erzeugten Atome, welche sich im Grundzustand befinden, können die Strahlung absorbieren. Das Licht einer bestimmten Wellenlänge, das durch eine elementspezifische Hohlkathodenlampe erzeugt wird und die Flamme durchstrahlt, wird teilweise von den Atomen des Analytelements absorbiert. Die Absorption der Strahlung wird von einem Detektor gemessen und durch eine empirische Kalibrierung wird die Konzentration des Elements in der Probe bestimmt.



Ein Flammen-AAS, das eine Hohlkathodenlampe für jedes zu analysierende Element verwendet, war lange Zeit die erste Wahl für viele Analysen. Aufgrund der zunehmenden Erschwinglichkeit hochproduktiver ICP-OES-Geräte fallen die Nachteile eines AAS verstärkt ins Gewicht.

Die ICP-OES-Technologie beruht dagegen auf der Atom/Ionen-Emission. Hierbei wird eine Probe in einem Argonplasma mit einer Temperatur von bis zu 10.000° C in ihre atomaren Bestandteile zerlegt, wobei Ionen erzeugt werden. Bei der ICP-OES emittieren Probenelemente bei Anregung im Plasma eine charakteristische Anzahl von speziellen Spektrallinien mit verschiedenen Wellenlängen. Das emittierte Licht wird durch optische Komponenten, wie zum Beispiel einem Beugungsgitter, in diese unterschiedlichen Linien zerlegt. Das Licht wird schließlich auf Detektoren geleitet, die die Lichtintensitäten dieser verschiedenen Wellenlängen messen. Die elementare Zusammensetzung einer Probe kann so bestimmt und die Konzentrationen mithilfe einer geeigneten Kalibrierung ermittelt werden.

AAS-Analysegeräte arbeiten immer sequenziell; sie müssen jedes Element einer Probe einzeln analysieren. Einige ICP-OES-Analysegeräte arbeiten ebenfalls sequenziell. Andere dagegen sind in der Lage, simultan zu messen. Sie analysieren also das gesamte relevante Emissionsspektrum gleichzeitig. Bei Proben, die mehr als nur einige wenige Elemente enthalten, erfordert die sequenzielle Untersuchung relativ lange Analysezeiten. Dieser Unterschied kann kritische Auswirkungen auf den Probendurchsatz haben, was später in diesem Dokument noch ausführlicher behandelt wird.

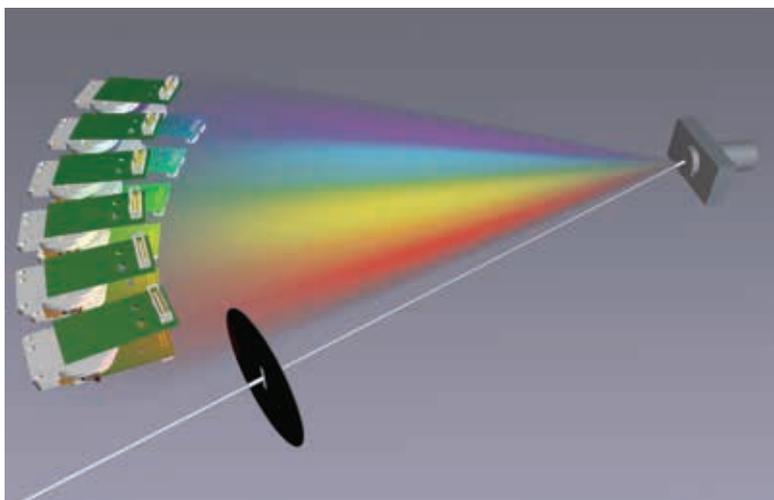
Benutzerfreundlichkeit

In einer Vielzahl von Branchen werden AAS-Instrumente hauptsächlich für Routineanalysen eingesetzt – der

Grund hierfür ist unter anderem in ihrer Benutzerfreundlichkeit zu suchen.

Im (scheinbaren) Gegensatz dazu ist die ICP-OES die Technologie der Wahl, wenn es um komplexere Laboranalysen geht. Allerdings kann die grundlegende Bedienung für Routineanalysen stark vereinfacht werden. Ein Gerät wie das SPECTRO GENESIS wurde derart optimiert, dass es viele der typischen Schwierigkeiten beseitigt, die mit der Nutzung einer neuen Technik oder eines neuen Geräts verbunden sind. Bei einem ICP-OES ist die Probenvorbereitung mit deutlich geringerem Aufwand verbunden. Im Gegensatz zu einem AAS-Gerät mit einem kleinen beschränkten linearen Bereich auskommen muss, ist bei einem ICP-OES normalerweise bereits eine einzelne Probenverdünnung ausreichend, um alle Elementkonzentrationen zu messen. Durch das weitgehende Fehlen von Matrixeffekten kann bei der ICP-OES, anders als bei der AAS, auf Matrixmodifier und Puffer verzichtet werden.

Fortschrittliches ICP-Optik-Konzept: Das ORCA-Polychromator-System in einem SPECTRO GENESIS-Analysegerät zerlegt das im Plasma emittierte Licht in seine spektralen Bestandteile und ermöglicht eine vollständige simultane Messung des relevanten Spektrums und der Elemente.



Im Großen und Ganzen ist das SPECTRO GENESIS für minimale Installations- und Schulungsanforderungen sowie für einfache Bedienung und Wartung konzipiert. Für das Gerät sind für eine Reihe von üblichen Anwendungen Werkmethoden mit Schritt-für-Schritt-Arbeitsanweisungen erhältlich. Es kann darüber hinaus auch mit einem automatisierten Probenhandhabungssystem ausgestattet werden. Somit können die Nutzer direkt und ohne eine zeitaufwendige Methodenentwicklung zum „Plug & Analyze“ übergehen.

Nachweisgrenzen

Für einige Aufgabenstellungen – insbesondere für die Analyse der Elemente der Gruppe I wie zum Beispiel Lithium, Natrium und Kalium – liefert die AAS bessere Nachweisgrenzen (NWGs) als die ICP-OES-Technologie. Auf der anderen Seite kann ein AAS jedoch eine Reihe von Nichtmetallen überhaupt nicht analysieren. Und die NWGs für Phosphor sind wenig beeindruckend.

Im Gegensatz dazu liefert ein ICP-OES, wie zum Beispiel das SPECTRO GENESIS, erheblich bessere NWGs bei Elementen wie zum Beispiel Aluminium, Titan, Bor und Vanadin. Es liefert gute Ergebnisse bei Nichtmetallen wie zum Beispiel Schwefel und Phosphor – Elemente, bei denen ein AAS gänzlich versagt. Für Phosphor bietet die ICP-OES-Analyse NWGs, die drei Größenordnungen niedriger sind als jene, die mit einem AAS-Analysegerät erreicht werden können.

In diesem Zusammenhang setzt die AAS-Technologie üblicherweise unterschiedliche Hohlkathodenlampen

ein – und zwar eine spezielle Lampe für jedes einzelne zu analysierende Element. Insgesamt ist ein AAS, je nach Verfügbarkeit der Lampen, in der Lage, bis zu 67 Elemente sequenziell analysieren. Im Gegensatz dazu benötigt ein ICP-OES-Gerät wie das SPECTRO GENESIS keine Lampen und erfasst das gesamte relevante Spektrum – von 175 bis 777 Nanometern (nm) – in einer einzigen Analyse. So kann es gleichzeitig bis zu 78 Elemente analysieren.

Probendurchsatz

Unterschiede hinsichtlich des Probendurchsatzes spielen bei vielen Kaufentscheidungen eine wesentliche Rolle. Letztlich kommt es dabei auf den voraussichtlichen Arbeitszyklus an. Wie viele Elemente müssen normalerweise für jede Probe analysiert werden? Bei drei Wiederholungen benötigt ein AAS etwa 10 Sekunden für jedes zu analysierende Element und somit 30 Sekunden gesamte Analysezeit. Im Gegensatz dazu benötigt das SPECTRO GENESIS ungefähr 60 Sekunden für drei Wiederholungen. In dieser Zeit kann das Gerät jedoch alle zu untersuchenden Elemente gleichzeitig analysieren.

Bei realistischer Einschätzung liegt die Grenze zwischen leichter und mittlerer Probenlast bei etwa 50 Proben und 10 Elementen pro Tag. Wenn die Anzahl der Proben normalerweise auf oder unter dieser Grenze bleibt, kann die Nutzung eines AAS-Geräts durchaus von Vorteil sein. Wenn jedoch regelmäßig mehr als 50 Proben und 10 Elemente pro Tag analysiert werden müssen, liefert ein simultan messendes ICP-OES wie das SPECTRO GENESIS definitiv höhere Probendurchsatzraten und ist dann normalerweise die bessere Wahl.

Sichere Automatisierung

Aufgrund des Einsatzes von Flammen und brennbaren, unter Druck stehenden Gasen können Flammen-AAS-Geräte nicht unbeaufsichtigt betrieben werden.

Im Gegensatz dazu verzichtet ein ICP-OES wie das SPECTRO GENESIS völlig auf brennbare Gase. Richtig eingestellt kann es problemlos eine ganze Arbeitsschicht oder länger ohne Aufsicht vollkommen sicher betrieben werden – einschließlich der Nachtschichten. Dieser Grad an aufsichtsfreier Automatisierung befreit das Laborpersonal für andere wichtige Aufgaben. Auch dies kann den Probendurchsatz erheblich steigern.

Dynamikbereich

AAS-Geräte weisen normalerweise einen linearen Dynamikbereich von 10^3 auf – was relativ gering ist im Vergleich mit anderen spektroskopischen Techniken. Dies macht diese Technik ideal für die Messung von Konzentrationen im Spurenbereich, allerdings gleichzeitig auch weniger geeignet für Proben mit großen Konzentrationsbereichen für die zu analysierenden Elemente.

Im Vergleich dazu weist ein ICP-OES-Instrument wie das SPECTRO GENESIS einen typischen linearen Dynamikbereich von 10^9 auf, was unter den spektroskopischen Methoden einen der größten Bereiche überhaupt darstellt. Dies ermöglicht Analysen vom ppb-Bereich bis hin zu Konzentrationen von mehreren hundert ppm. Ein Beispiel: Unter Verwendung der Emissionslinie bei 324,74 nm lässt sich mit dem SPECTRO GENESIS Kupfer von der Nachweisgrenze bei ungefähr 0,002 ppm bis hin zu Konzentrationen

von über 200 ppm analysieren. Durch automatische Umschaltung zu alternativen Linien, sofern verfügbar, kann der Dynamikbereich oft sogar noch erweitert werden – ohne dabei den Probendurchsatz zu verringern, da ja alle Linien simultan gemessen werden.

Chemische Interferenzen

Interferenzen, die durch chemische Interaktionen von Probe und Flamme verursacht werden, sind bei der AAS-Technologie relativ üblich. Die Temperaturen, die in einer AAS-Flamme erreicht werden, erreichen keine 3.000°C, sodass eine Reihe von chemischen Bindungen, insbesondere die von feuerfesten Oxiden, erhalten bleiben.

Ganz anders verhält sich das bei einem ICP-OES Plasma. Nahezu alle chemischen Bindungen werden bei ungefähr 6.000°C vollständig zerstört. Da die Temperaturen im Plasma bis zu 10.000°C betragen können, schließt diese Technologie chemische Interferenzen vollständig aus.

Ionisationsinterferenzen

Um Ionisationsinterferenzen, die bei der Analyse von Gruppe II Elementen wie Magnesium, Calcium und Barium bei Verwendung einer Lachgasflamme auftreten, zu eliminieren, ist bei der AAS-Technologie ein zusätzlicher Arbeitsschritt erforderlich, indem den Proben ein entsprechender Puffer hinzugefügt wird.

Bei der ICP-OES-Technologie sind Ionisationsinterferenzen eher die Ausnahme. Allerdings sind ICP-OES-Analysegeräte von dem Effekt leicht ionisierbarer Elemente (EIE) betroffen. Dies betrifft Matrices, die Gruppe I Elemente (wie Lithium, Natrium und Kalium) und, wenn auch mit geringerer Auswirkung, Gruppe II Elemente enthalten. ICP-OES-Modelle wie das SPECTRO GENESIS schließen diese Effekte jedoch durch die radiale Betrachtung des Plasmas aus. Es ist keine Pufferung erforderlich.

Spektrale Interferenzen

Da AAS-Analysegeräte nur eine einzelne Wellenlänge verwenden, weisen sie praktisch keine spektralen Interferenzen auf.

Die ICP-OES-Analysegeräte „sehen“ dagegen das gesamte relevante Spektrum; der Informationsreichtum ist damit erheblich größer. Dies bedeutet, dass es vor allem bei linienreichen Matrices und eng nebeneinanderliegenden Emissionslinien zu spektralen Interferenzen kommen kann. Diese können jedoch durch die größere Auswahl an Emissionslinien für ein einzelnes Element normalerweise durch eine passende Linienauswahl verhindert werden. Wo sich spektrale Interferenzen nicht vollständig

Das SPECTRO GENESIS ICP-OES liefert genaue und hochproduktive Analysen — samt niedrigen Betriebs- und Verbrauchskosten sowie einem optionalen automatisierten Probeneinlasssystem.



verhindern lassen, wenden die ICP-OES-Analysegeräte mathematische Korrekturen an, womit korrekte Ergebnisse sichergestellt werden können.

Langzeitstabilität

AAS-Analysegeräte leiden unter einem Mangel an Langzeitstabilität. Ein AAS erfordert während einer Schicht von acht Stunden oft mehrere Nachkalibrierungen.

Die Langzeitstabilität für ein ICP-OES wie dem SPECTRO GENESIS ist dagegen hervorragend. Bei einer Instabilität von weniger als zwei Prozent über einen Zeitraum von acht Stunden entfällt hier die Notwendigkeit häufiger Nachkalibrationen.

Darüber hinaus können ICP-OES-Geräte im Gegensatz zur AAS auch Proben mit hohen Anteilen an gelösten Feststoffen problemlos handhaben.

Verbrauchsmaterialkosten

Wie bereits erwähnt benötigt die AAS monochromatisches Licht bestimmter Wellenlängen, welches von den Zielementen absorbiert

wird. AAS-Geräte sind daher mit Hohlkathodenlampen (HCL) ausgestattet, die dieses Licht erzeugen. Tatsächlich benötigt man für jedes Element eine einzelne Lampe oder aber man setzt auf Multielementlampen.

Unglücklicherweise sind solche Lampen ziemlich kostspielige Verbrauchsmaterialien und haben eine recht kurze Lebensdauer. Der Aufwand und die Kosten durch Beschaffung, Lagerhaltung und Ersatz stellen einen bedeutenden Faktor bei der Analyse der AAS-Kosten dar.

Selbst bei kostengünstigen Drittanbietern reichen die Preise der Hohlkathodenlampen einer aktuellen Erhebung zufolge von 200 bis zu 600 US-\$ pro Lampe, was hauptsächlich von dem elementspezifischen Kathodenmaterial abhängt.

Und was die Langlebigkeit der Lampe betrifft: Eine starke Beanspruchung (beispielsweise, wenn man ein AAS mehr oder weniger kontinuierlich für 8.000 Stunden im Jahr betreibt) kann bis zu fünf HCLs pro Element im Jahr erfordern.

Zusammenfassung der Kosten und Zeiten

AAS	ICP-OES (SPECTRO GENESIS)
Wiederbeschaffungskosten Hohlkathodenlampen: variabel, jedoch oft erheblich (siehe oben)	Wiederbeschaffungskosten Hohlkathodenlampen: Keine
Analysekosten pro Probe und 16 Elemente: <ul style="list-style-type: none"> Acetylen (8.500 Liter) 120,00 US-\$ - Acetylenverbrauch: 4 Liter/Minute; 0,15 US-\$ pro Analyse Stromverbrauch: 0,03 KW pro Stunde zu 0,01 US-\$ 	Analysekosten pro Probe, unabhängig von der Anzahl zu analysierender Elemente: <ul style="list-style-type: none"> Argon (15.000 Liter) 80,00 US-\$ - Argonverbrauch: 18 Liter/Minute; 0,15 US-\$ pro Analyse Stromverbrauch: 0,03 KW pro Stunde zu 0,01 US-\$
Gesamt Analysezeit: 160 Sekunden	Gesamt Analysezeit: 90 Sekunden
Probendurchsatz: Bei 16 Elementen können in einer 8-Stunden-Schicht bis zu 160 Proben analysiert werden.	Unabhängig von der Anzahl zu analysierender Elemente können in einer 8-Stunden-Schicht bis zu 320 Proben analysiert werden.

Aber auch bei geringer Beanspruchung können diese Produkte eine recht kurze Haltbarkeit aufweisen. Da die Lebensdauer der Lampen im Allgemeinen etwa ein Jahr beträgt, müssen auch Nutzer, die ihre Geräte nur gelegentlich verwenden, mit einem jährlichen Austausch der Hohlkathodenlampen rechnen.

Die ICP-OES verwendet dagegen keine Hohlkathodenlampen, sodass diese Kosten hier keine Rolle spielen.

Schlussfolgerung

Da sich die Preise für AAS- und einige ICP-OES-Analysegeräte immer weiter annähern, wird es zunehmend sinnvoll, die technischen Vor- und Nachteile direkt zu vergleichen. Die Anwender sollten die in diesem Whitepaper aufgeworfenen Fragen sorgfältig bedenken, ehe sie die für ihre Anwendungen am besten geeignete Analysetechnologie auswählen.



KONTAKT AUFNEHMEN



ANGEBOT ANFORDERN



DEMO ANFORDERN



RESSOURCEN

www.spectro.com

DEUTSCHLAND

SPECTRO Analytical Instruments GmbH
Boschstrasse 10
D-47533 Kleve
Tel: +49.2821.892.0
Fax: +49.2821.892.2202
spectro.sales@ametek.com

U.S.A.

SPECTRO Analytical Instruments Inc.
91 McKee Drive
Mahwah, NJ 07430
Tel: +1.800.548.5809
+1.201.642.3000
Fax: +1.201.642.3091
spectro-usa.sales@ametek.com

CHINA

AMETEK Commercial
Enterprise (Shanghai) CO., LTD.
Part A1, A4 2nd Floor Building No.1,
No.526 Fute 3rd Road East, Pilot Free Trade Zone
200131 Shanghai
Tel.: +86.400.100.3885, +86.400.189.7733
Fax: +86.21.586.609.69
spectro-china.sales@ametek.com

Niederlassungen: ► **FRANKREICH:** Tel +33.1.3068.8970, Fax +33.1.3068.8999, spectro-france.sales@ametek.com, ► **GROSSBRITANNIEN** Tel +44.1162.462.950, Fax +44.1162.740.160, spectro-uk.sales@ametek.com, ► **INDIEN:** Tel +91.22.6196 8200, Fax +91.22.2836 3613, sales.spectroindia@ametek.com, ► **ITALIEN:** Tel +39.02.94693.1, Fax +39.02.94693.650, spectro-italy.sales@ametek.com, ► **JAPAN:** Tel +81.3.6809.2405, Fax +81.3.6809.2410, spectro-japan.info@ametek.co.jp, ► **SÜDAFRIKA:** Tel +27.11.979.4241, Fax +27.11.979.3564, spectro-za.sales@ametek.com

► **SPECTRO** ist weltweit in mehr als 50 Ländern aktiv. Ihren örtlichen Ansprechpartner finden Sie unter www.spectro.com/worldwide.

© 2017 AMETEK, All rights reserved. Technische Änderungen vorbehalten. • A-17, Rev. 0 • Photos: SPECTRO, iStock and Getty • Registered trademarks of SPECTRO Analytical Instruments GmbH:  SPECTRO : USA (3,645,267); EU (005673694); "SPECTRO": EU (009693763); iCAL: USA (3,189,726), EU (003131919); "SPECTRO": EU (009693763); "SPECTRO GENESIS": USA (3,170,644), EU: (004206165)