

## Reinstwasser

Für die ICP-Massenspektrometrie



Reinstwassersystem Arium Pro UV  
(Foto: Sartorius)

**Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) ist eine hoch anspruchsvolle Multi-Element-Analyse-technik, die in der pharmazeutischen Industrie, der Lebensmittel- und Getränkeindustrie sowie im Umweltschutz verstärkt zur Analytik von Spurenelementen eingesetzt wird.**

Die ICP-MS-Technik ist in der Lage, Analysen bis in den sup-ppt Nachweisgrenzenbereich (parts per trillion = Teilchen pro Billion) durchzuführen, wobei niedrigste Nachweisbarkeitsgrenzen nur unter Reinraumbedingungen zu erreichen sind.

Weil Wasser schon früh im Spurenanalyse-Prozess mit der ICP-MS-Technologie eingesetzt wird, ist offensichtlich, dass jegliche Kontamination des Wassers, den gesamten Analyseprozess beeinflussen kann. Das Wasser sollte deshalb bei diesem anspruchsvollen Analyseverfahren eine hohe Qualität, z.B. ASTM Typ I Wasser, aufweisen.

Ziel der nachfolgend beschriebenen Testreihe war zu zeigen, dass Reinstwasser, das mittels des Systems Arium Pro UV produziert wurde, einen

sehr hohen Reinheitsgrad besitzt, frei von Metallelementen ist bzw. entsprechende Elemente nicht mehr nachweisbar sind und damit problemlos für die Spurenanalyse mit ICP-MS einsetzbar ist.

### Prinzip der ICP-MS Technologie

Die ICP-Technologie ist basierend auf den Prinzipien der Atom-Emissionsspektroskopie entstanden. Im Hochtemperatur Argon Plasma der ICP-MS-Technologie zerfallen die Elemente in den zu untersuchenden Proben in positiv geladene Ionen und werden, basierend auf ihren Masse-Ladungsverhältnissen, beim anschließenden Durchgang

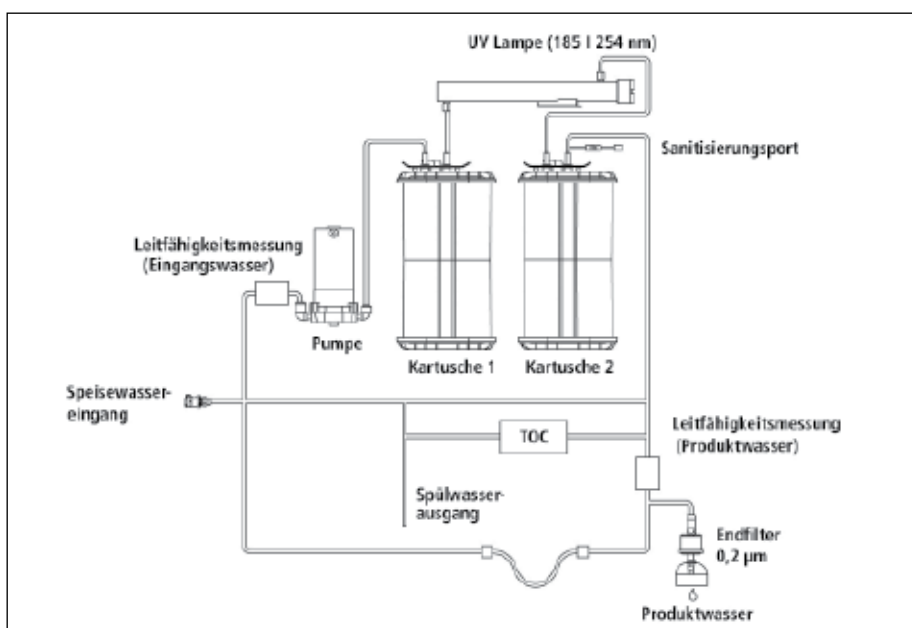


Abb. 1: Schematische Darstellung des Flussdiagramms beim Reinstwassersystem Arium Pro UV

Element	Nachweisgrenze ng/l (ppt)	Konzentration in Arium Pro UV Reinstwasser (0.055µs/cm)
Arsen AS	1 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze
Bor B	10 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze
Cadmium Cd	0.5 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze
Chrom Cr	0.5 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze
Blei Pb	0.5 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze
Quecksilber Hg	5 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze
Selen Se	10 ppt	Unterhalb der Nachweisgrenze

Tabelle 1: Spurenelement-Analyse von Arium Pro UV produzierten Reinstwasser

durch das Massenspektrometer detektiert. Im Prinzip besteht die ICP-MS aus den folgenden Schritten: Probenvorbereitung und -einleitung, Aerosol Erzeugung, Ionisation durch die Argon Plasma Quelle, Massenunterscheidung und Identifizierung durch das Detektionssystem, inkl. Datenauswertung (in Anlehnung an Worley und Kvech, (1)).

## Das Reinstwasser System

Das Arium Pro UV System (Abb. 1) wurde zur Herstellung von Reinstwasser aus vorbehandeltem Speisewasser konzipiert und entfernt aus diesem noch vorhandene Verunreinigungen. Zur allgemeinen Wasserreinigung werden die folgenden verschiedenen Technologien eingesetzt (Destillation, Reverse Osmose, Deionisierung und Elektrodeionisierung). Die Reinstwasserproduktion erfordert kontinuierliche Rezirkulation und einen konstanten Wasserfluss, was durch ein Pumpensystem mit Druckregelung erreicht wird. Die Leitfähigkeit des Wassers wird am Speisewasser-Einlass und beim Produktwasser (Wasser-Auslass) gemessen. Der TOC-Gehalt (total organic carbon = gesamter organisch gebundener Kohlenstoff) wird durch einen speziellen TOC-Monitor überwacht. Der tatsächliche Reinigungsprozess hängt vom jeweiligen Arium-System und der dabei eingesetzten Technologie ab.

Das zur Untersuchung verwendete System Arium Pro UV arbeitet mit zwei unterschiedlichen Kartuschen Kits. Diese sind mit einem speziellen Aktivkohle-Adsorber und Mischbett-Austauscherharzen gefüllt, um hochreines Wasser mit einem nur geringen Anteil an auswaschbaren Bestandteilen zu liefern. Im Reinstwassersystem ist zudem eine UV-Lampe integriert, die bei 185 und 254 nm arbeitet und keimtötend und oxidierend wirkt. Ein 0,2 µm Endfilter ist am Wasserauslass installiert und dient der Entfernung von Partikeln und Bakterien aus dem erzeugten Reinstwasser während der Dosierung. Der Prozess der gerätspezifischen Wasserreinigung ist in Abbildung 1 dargestellt.

## Testmethode

Die Versuche wurden mit dem oben beschriebenen Reinstwassersystem in einer Reinen Werkbank der Reinraumklasse 1 durchgeführt.

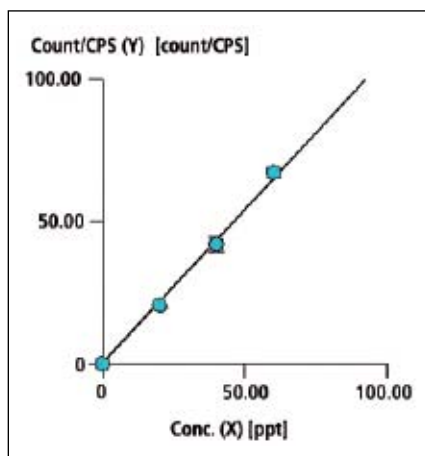


Abb. 2: Typische Kalibrierkurve für Blei, Pb (CPS = counts per second, Zählimpulse pro Sekunde)

Aus dem produzierten Reinstwasser wurden Proben genommen (kein Endfilter am Produktwasser-Auslass installiert) und mit dem Agilent ICP-MS System 7500cs analysiert (2).

## Ergebnisse

Die Spurenelement-Analyse erfordert Reagenzien/Lösungsmittel und Wasser von hoher Reinheit, um sicherzustellen, dass die Genauigkeit des ICP-MS Gerätes nicht negativ beeinflusst wird. Das Reinstwasser wird beispielsweise dazu benötigt, Instrument-Blindproben, Kalibrierkurven und Standards herzustellen oder Proben vorzubereiten. Deshalb muss es frei von eben den Elementen sein, die bei dem Test untersucht werden sollen.

Standardlösungen der entsprechenden u.a. Elemente wurden zusammen mit Instrument-Blindproben (Nullwert) in das Agilent ICP-MS 7500cs Gerät injiziert und die gezeigten Kalibrierkurven aufgenommen.

Die Abbildungen 2 und 3 zeigen als Beispiel die Kalibrierkurven von Blei, Pb (Abb. 2) und Chrom, Cr (Abb. 3) als Funktion des Signalwertes CPS gegen die Konzentration des Elementes ausgedrückt in ppt. Die Konzentrationen jedes Elementes der getesteten Proben wurde aus den entsprechenden Kalibrierkurven berechnet und sind in Tabelle 1 aufgeführt.

## Schlussfolgerung

Aus den Versuchsergebnissen geht klar hervor, dass die Konzentrationen in ng/l (ppt) der untersuchten Elemente im Falle des von Arium Pro UV produzierten Reinstwassers un-

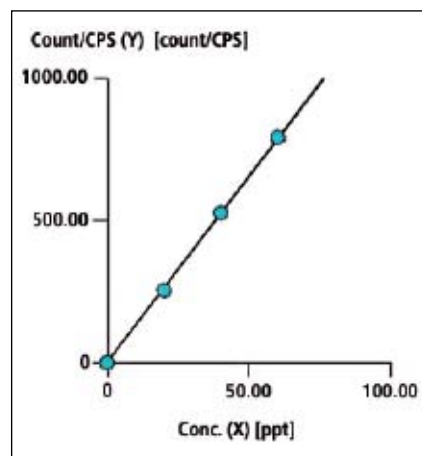


Abb. 3: Typische Kalibrierkurve von Chrom, Cr (CPS = counts per second, Zählimpulse pro Sekunde)

terhalb der Nachweisgrenzen liegen. Um eine derartig gute Wasserqualität zu erreichen, war es notwendig, serienmäßig alle Systemkomponenten (einschließlich der Schläuche) speziell für die Anwendung ICP-MS zu konzipieren. Die erzielten Ergebnisse unterstreichen, dass das hier erzeugte Reinstwasser hervorragend für die ICP-MS Technologie geeignet ist, da Fehlerquellen oder Risiken für Ungenauigkeiten, wie z.B. das Vorhandensein oben erwähnter Spurenelemente, ausgeschlossen werden können. Derartige Bedingungen sind Grundvoraussetzung für die verlässliche Spurenelement-Analyse in den Laboren der pharmazeutischen Industrie, der Nahrungsmittelindustrie sowie im Umweltschutz.

## Danksagung

An dieser Stelle sei der Firma ATU GmbH – Analytik für Technik und Umwelt, Hertzstr. 17, D-71083 Herrenberg für die zur Verfügung gestellte Literatur und Ergebnisse sowie für die Diskussionen zum Thema ICP-MS Technologie gedankt.

## Literatur

- [1] Informationen publiziert von Worley, Jenna und Kvech, Steve im Internet (Publikationsdatum von den Autoren nicht erwähnt): <http://www.cee.vt.edu/ewr/environmental/tweach/sm-primer/icpms/icpms.htm#References>
- [2] Reinstwasseranalyse am Auslass der "Arium Pro UV Anlage", ATU GmbH-Analytik für Technik und Umwelt, Herrenberg, 2011

## Autoren

Dr. Elmar Herbig, Sartorius Göttingen  
M. Reutz und R. Braitmayer, ATU GmbH, Herrenberg

## ► KONTAKT

Sartorius AG  
Göttingen  
Tel.: 0551/308-0  
Fax: 0551/308-3289  
info@sartorius.com  
www.sartorius.com