

Rapport nr. 90.048	ISSN 0800-3416	Åpen/Årtidning																			
Tittel: Utprøving av metode for vannanalyse med AA-grafittovnteknikk																					
Forfatter: Asbjørn Flårønning		Oppdragsgiver: NGU																			
Fylke:		Kommune:																			
Kartbladnavn (M. 1:250 000)		Kartbladnr. og -navn (M. 1:50 000)																			
Forekomstens navn og koordinater:		Sidetall: 12	Pris: Kr. 35,-																		
		Kartbilag:																			
Feltarbeid utført:	Rapportdato: 13.03.1990	Prosjektnr.: 41.0001.01	Seksjonssjef:																		
Sammendrag:			11																		
<p>Rapporten omhandler utprøving av metode for vann- analyser på elementene bly, kadmium, kobber, krom, sink og nikkel ved hjelp av vår apparatur for atomabsorpsjon-spektrofotometri, grafittovnteknikk: Perkin-Elmer modell 5000 med grafittovn HGA-500 og prøveveksler SA-40. Det var satt fram ønske om å oppnå følgende deteksjonsgrenser for de fem elementene:</p> <table data-bbox="287 1411 1005 1612"> <tr> <td>Bly</td> <td>ønsket deteksjonsgrense: 0.5</td> <td>ppb</td> </tr> <tr> <td>Kadmium</td> <td>-"-</td> <td>0.01 "</td> </tr> <tr> <td>Kobber</td> <td>-"-</td> <td>1 "</td> </tr> <tr> <td>Krom</td> <td>-"-</td> <td>0.5 "</td> </tr> <tr> <td>Sink</td> <td>-"-</td> <td>6 "</td> </tr> <tr> <td>Nikkel</td> <td>-"-</td> <td><1 "</td> </tr> </table> <p>For <u>kadmium</u> ble det oppnådd deteksjonsgrense <u>0.02 ppb</u>. Forøvrig ble de ønskede deteksjonsgrenser oppnådd. Rapporten viser at det kreves spesielle tiltak for å unngå kontaminering fra analyseutstyr og omgivelser. Særlig skaper sink vanskeligheter i denne forbindelse. Forsøkene tyder på at analyser av denne type krever et "renroms"-laboratorium.</p> <p>Åtte vannprøver fra Glomma (prosj.nr 2487-Borregaardprosjektet) ble analysert. Prøvene er tidligere analysert ved NILU. Resultatene viser god overenstemmelse.</p>				Bly	ønsket deteksjonsgrense: 0.5	ppb	Kadmium	-"-	0.01 "	Kobber	-"-	1 "	Krom	-"-	0.5 "	Sink	-"-	6 "	Nikkel	-"-	<1 "
Bly	ønsket deteksjonsgrense: 0.5	ppb																			
Kadmium	-"-	0.01 "																			
Kobber	-"-	1 "																			
Krom	-"-	0.5 "																			
Sink	-"-	6 "																			
Nikkel	-"-	<1 "																			
Emneord	Fagrapport	Grunnstoff																			
Atomabsorpsjon	Spektrofotometri	Analytisk kjemi																			

INNHOLD

	Side
PRAKTISKE ERFARINGER	4
INSTRUMENTPARAMETRE	5 - 10
FORSØK - MÅLERESULTATER	5 - 10
Pb	5
Cd	6
Cu	7
Cr	8
Zn	9
Ni	10
VANNPRØVER FRA GLOMMA, RESULTATER	11
KONKLUSJON	12

PRAKTISKE ERFARINGER

For å unngå kontaminering må analyseutstyr, der overflaten kommer i berøring med veske som skal måles, ikke berøres direkte med fingre (hud). Jeg brukte pinsett der spissen var overtrukket med siliconslange for å unngå dette. Målebeger (polyetylen - 1 ml) ble med pinsett tatt direkte ut av en opprinnelig pakning (plastpose) gjennom en liten åpning. Begerne ble brukt uten spesiell rengjøring (evnt. bare skylling med den aktuelle måleveske). Nye (ubrukte) PYREX målekolber ble skyllet med dobbeldestilert vann eller milli-Q vann før bruk.

Spesielle problemer med sink

Det viste seg at kontaminering fra omgivelsene skjedde meget hurtig. Etter at målebegerne var fylt opp med veske (O-løsning, std.-løsning eller prøve), økte absorbansen drastisk på få minutter. Målingen måtte derfor foregå øyeblikkelig uten vanlig bruk av autosampleren.

INSTRUMENTPARAMETRE

BLY (Pb)

Spektrofotometer parametre

Lyskilde	HC-lampe
Bølgelengde /nm	283.3
Spalteåpning /nm	.7 L
Tid /sek	4
Lampestrøm mA	10
Bakgrunnskorreksjon	nei

AS-40 prøveveksler parametre

Matriks for prøver og standarder	6 dr. HNO ₃ /100ml
Metode	1
Standarder	2
Prøvevolum mikro-l	60

HGA parametre

Grafittrør	pyrocoated
Bæregass	argon

Keyboard Entries

Step	1	2	3	4
Temp C	120	500	1100	2500
Ramp	10	20	0	1
Hold	30	30	4	2
Read			inn	
Rec.	-----inn-----			
Baseline		45		
Int.Flow ml/min.			0	

FORSØK - MÅLERESULTATER

Instrument innstilt mot std.: 5ng/ml og 10ng/ml
 + kontrollstd.: .5 " " 1 "

Måleresultat:

Absorbance std. 1ng/ml: 0.019
 " " .5 " : 0.009

Sensitivity pg/1% abs.(beregnet etter måleres.): 14
 -"- ("Std.Condition" verdi) : (16)

Rel.std. avvik (10 målinger std. 0.5 ng/ml) (rs): +- 7.3 %
Rel.std. avvik -"- 5. " " : +- 1.5 %

INSTRUMENTPARAMETRE

KADMIUM (Cd)

Spektrofotometer parametre

Lyskilde	HC-lampe
Bølgelengde /nm	228.8
Spalteåpning /nm	.7 L
Tid /sek	4
Lampestrøm mA	4
Bakgrunnskorreksjon	nei

AS-40 prøveveksler parametre

Matriks for prøver og standarder	6 dr. HNO ₃ /100 ml
Metode	1
Standarder	2
Prøvevolum mikro-l	40

HGA parametre

Grafittrør	pyrocoated
Bæregass	argon

Keyboard Entries

Step	1	2	3	4
Temp C	120	250	1000	2600
Ramp	10	10	0	1
Hold	30	30	4	2
Read			inn	
Rec.	-----inn-----			
Baseline		35		
Int.Flow ml/min.			0	

FORSØK - MÅLERESULTATER

Instrument innstilt mot std.:	0.5ng/ml og 1ng/ml
+ kontrollstd.:	0.2ng/ml

Måleresultat:

Absorbance std.	0.2ng/ml	0.077
" "	0.02ng/ml	0.007

Sensitivity pg/1% abs.(beregnet etter måleres.): 1.0
 "- ("Std.Condition" verdi) : (1.5)

Rel.standard avvik (10 målinger std.0.02 ng/ml) (rs): + 9.4 %

INSTRUMENTPARAMETRE

KOBBER (Cu)

Spektrofotometer parametre

Lyskilde	HC-lampe
Bølgelengde /nm	324.7
Spalteåpning /nm	.7 L
Tid /sek	4
Lampestrøm mA	15
Bakgrunnskorreksjon	nei

AS-40 prøveveksler parametre

Matriks for prøver og standarder	6 dr. HNO ₃ /100 ml
Metode	1
Standarder	2
Prøvevolum mikro-l	40

HGA parametre

Grafittrør	pyrocoated
Bæregass	argon

Keyboard Entries

Step	1	2	3	4
Temp C	130	900	2100	2600
Ramp	5	5	0	1
Hold	40	10	3	2
Read			inn	
Rec.	-----inn-----			
Baseline		10		
Int.Flow ml/min.			0	

FORSØK - MÅLERESULTATER

Instrument innstilt mot std. 2ng/ml og 5ng/ml

Måleresultat:

Absorbance std. 2ng/ml: 0.088

Sensitivity pg/1% abs.(beregnet etter måleres.) : 5.7
 -"- ("Std.Condition" verdi) : (6.4)

Rel.standard avvik (10 målinger std. 2 ng/ml) (rs): + - 2.6 %

INSTRUMENTPARAMETRE

KROM (Cr)

Spektrofotometer parametre

Lyskilde	HC-lampe
Bølgelengde /nm	357.9
Spalteåpning /nm	.7 L
Tid /sek	4
Lampestrøm mA	25
Bakgrunnskorreksjon	nei

AS-40 prøveveksler parametre

Matriks for prøver og standarder	6 dr. HNO ₃ /100 ml
Metode	1
Standarder	2
Prøvevolum/mikro-l	20

HGA parametre

Grafittrør	pyrocoated
Bæregass	argon

Keyboard Entries

Step	1	2	3	4
Temp C	130	1200	2300	2600
Ramp	5	5	0	1
Hold	20	20	3	2
Read			inn	
Rec.			inn	
Baseline		20		
Int.Flow ml/min.			0	

FORSØK - MÅLERESULTATER

Instrument innstilt mot std.: 2ng/ml og 5ng/ml
+ kontrollstd. : 0.5 ng/ml

Måleresultat:

Absorbance std.	5ng/ml:	0.220
" "	2 " :	0.087
" "	.5 " :	0.023

Sensitivity pg/1% abs.(beregnet etter måleres.): 1.9
-"- ("Std.Condition" verdi) : (3.5)

Rel.standard avvik (10 målinger 0.5 ng/ml) (rs): +- 3.0 %
Rel.standard avvik (" " 5. " " " +- 1.9 %

INSTRUMENTPARAMETRE

SINK (Zn)

Spektrofotometer parametre

Lyskilde	HC-lampe
Bølgelengde /nm	213.9
Spalteåpning /nm	.7 L
Tid /sek	4
Lampestrøm mA	15
Bakgrunnskorreksjon	nei

AS-40 prøveveksler parametre

Matriks for prøver og standarder	6 dr. HNO ₃ /100 ml.
Metode	1
Standarder	2
Prøvevolum mikro-l	20

HGA parametre

Grafittrør	pyrocoated
Bæregass	argon

Keyboard Entries

Step	1	2	3	4
Temp C	130	400	1000	2500
Ramp	5	2	0	1
Hold	20	20	4	2
Read			inn	
Rec.	-----inn-----			
Baseline		17		
Int.Flow ml/min.			0	

FORSØK - MÅLERESULTATER

Instrument innstilt mot std. 1ng/ml og 2ng/ml

Måleresultat:

Absorbance std. 1ng/ml: 0.132

Sensitivity pg/1% abs.(beregnet etter måleres.) : 0.7
 ("Std.Conditions" verdi) : (0.7)

INSTRUMENTPARAMETRE

NIKKEL (Ni)

Spektrofotometer parametre

Lyskilde	HC-lampe
Bølgelengde /nm	232.2
Spalteåpning /nm	.2 L
Tid /sek	4
Lampestrøm/mA	25
Bakgrunnskorreksjon	nei

AS-40 prøveveksler parametre

Matriks for prøver og standarder	6 dr. HNO ₃ /100 ml.
Metode	1
Standarder	2
Prøvevolum/Mikro-l	60

HGA parametre

Grafittrør	pyrocoated
Bæregass	argon

Keyboard Entries

Step	1	2	3	4
Temp C	120	900	2300	2700
Ramp	10	10	0	1
Hold	30	10	2	2
Read			inn	
Rec.			inn	
Baseline		15		
Int.Flow ml/min.			3	

FORSØK - MÅLERESULTATER

Instrument innstilt mot std.: 2ng/ml og 5ng/ml
+ kontrollstd.: .5 "

Måleresultat:

Absorbance	std.	5ng/ml:	0.080
"	"	2 "	: 0.032
"	"	.5 "	: 0.009

Sensitivity pg/1% abs.(beregnet etter måleres.) 15
-"- ("Std.Condition" verdi): (10)

Rel.standard avvik (10 målinger std.0.5 ng/ml) (rs): +/- 4.9 %

Åtte vannprøver fra Glomma. (prosj.nr 2487-Borregaardprosjektet) analysert. Prøvene er tidligere analysert ved NILU. (Ni og Cr er ikke bestemt ved NILU).

Tabellen viser resultatet fra begge analyser.

Prøve nr.	Pb ppb		Cd ppb		Cu ppb		Cr ppb		Zn ppb		Ni ppb	
	NGU	NILU	NGU	NILU	NGU	NILU	NGU	NILU	NGU	NILU	NGU	NILU
10708	1.0	.50	.24	.12	4.6	2.1	.66		14	13	1.13	
10709	.1	.05	.10	.15	1.9	2.1	.36		7	15	0.85	
10712	.2	.55	.11	<.07	17.	15.	.84		11	8.1	1.35	
10715	2.0	2.30	.07	<.07	4.7	3.4	.93		11	9.4	1.12	
10723	.2	.32	.03	<.07	15.	12.	.60		6	6.4	1.06	
10727	.3	.25	.08	<.07	4.7	3.2	.71		11	10.0	1.04	
10737	.3	.06	.02	<.07	3.0	1.8	.37		8	6.2	0.79	
10744	.2	.13	.02	<.07	3.1	2.2	.46		5	6.0	0.86	
Middel →	.54	0.52	.08	.08	6.75	5.22	.62		9.1	9.3	1.03	

KONKLUSJON

Rapporten viser at det med vårt utstyr og under nåværende forhold er mulig å analysere på de små konsentrasjoner som er ønskelig. Vårt analyseutstyr er imidlertid 8 år gammelt og viser tydelig tegn på slitasje. Dessuten kan dette utstyret ikke knyttes til PC og databehandling. For å kunne kjøre effektivt på større analyseserier, kreves det derfor nytt utstyr. Dessuten må en regne med at det må innredes et "renroms"-laboratorium til formålet.