

3.3 Verwendete Meßmethoden

Nach der Probenvorbereitung mit der CM-Zelle wird die zu messende Komponente in einem Fließsystem zu einem Meßgerät transportiert. Im folgenden werden die verwendeten Analysenmethoden kurz beschrieben, ohne auf die jeweiligen physikalischen und mathematischen Hintergründe einzugehen. Zur Ionenchromatographie [44 bis 46] und zur UV/VIS-Spektrophotometrie [47 bis 49] befinden sich im Anhang Literaturhinweise.

3.3.1 Ionenchromatographie

In dieser Arbeit wurde der Ionenchromatograph (IC) 690.0030 der Firma Metrohm mit der Anionensäule PRP-X100 und einem Leitfähigkeitsdetektor mit elektronischer Unterdrückung verwendet. Es ist jedoch möglich, auf eine Leitfähigkeitsdetektion mit chemischer Unterdrückung, also mit zugeschalteter Supressorsäule, umzustellen. Die Signalaufzeichnung erfolgt über ein Software-System (IC Metrodata). Der Aufbau ist in Abb. 3-15 dargestellt.

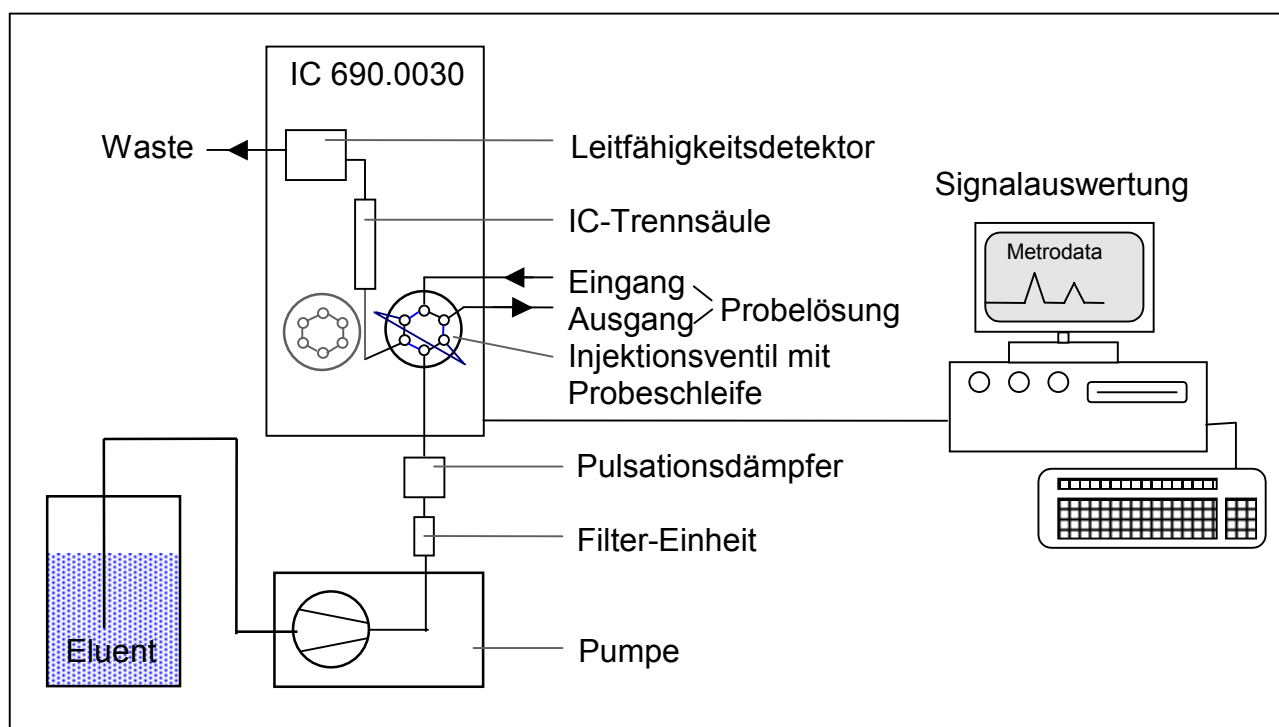


Abb. 3-15. Schematischer Aufbau des Ionenchromatographen 690.0030.

Die Leitfähigkeitsmeßzelle ist thermostatisiert, da die Leitfähigkeit stark von der Temperatur abhängt. Der Aufbau dieser Zelle ist in Abb. 3-16 dargestellt.

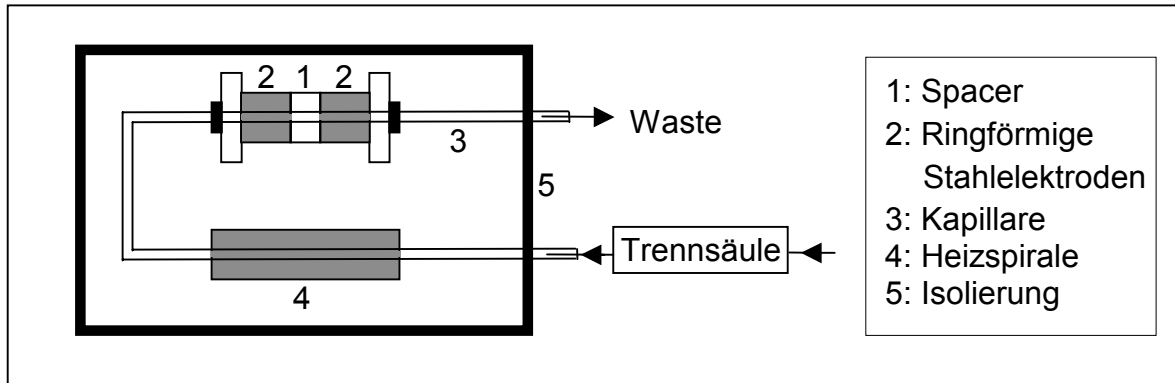


Abb. 3-16. Schematischer Aufbau des Leitfähigkeitsdetektors.

3.3.2 UV/VIS-Spektrophotometrie

Das benutzte UV/VIS-Spektrophotometer Lambda 2 der Firma Perkin Elmer und das dazugehörige Pumpenmodul FIAS 300 wurden über ein Software-System (PEFIAS) gesteuert. Das Pumpenmodul FIAS 300 beinhaltet zwei peristaltische Pumpen und ein 8-Kanal-16-Wege-Ventil. Für die Messungen wurde eine Durchflußküvette mit einer Schichtdicke von 1 cm und einem Kammervolumen von 18 μl verwendet. Der Aufbau ist in Abb. 3-17 dargestellt.

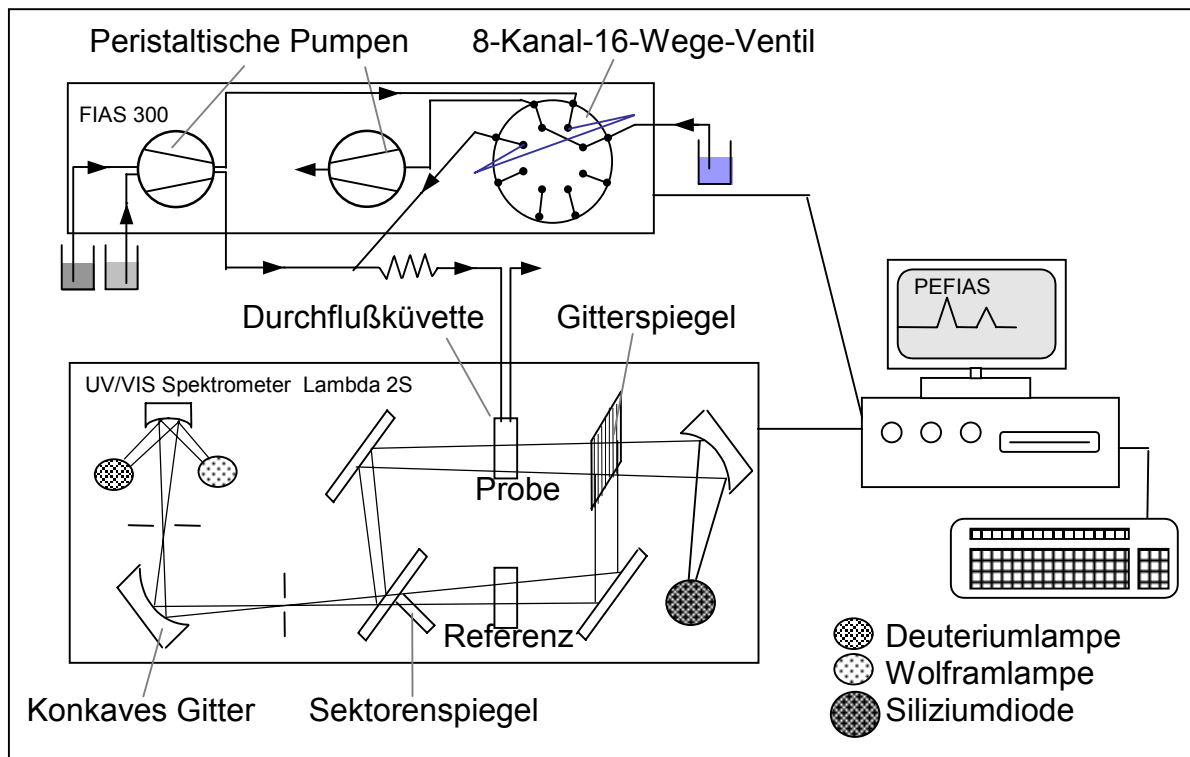


Abb. 3-17. Schematischer Aufbau des UV/VIS-Spektrophotometers Lambda 2.

Für die Selektion schmaler Wellenlängenbereiche wurde ein holographisches Konkavgitter mit 1053 Linien/mm in dem Meßgerät verwendet. Als Lichtquellen stehen eine Wolframlampe für den Spektralbereich zwischen 326 und 1100 nm und eine Deuteriumlampe für den UV-Bereich zwischen 190 und 326 nm zur Verfügung.

Als Detektoren werden Siliziumdioden benutzt. Für die kontinuierliche Messung der Absorption in einem Fließsystem wurde eine Durchflußküvette benutzt (siehe Abb. 3-18).

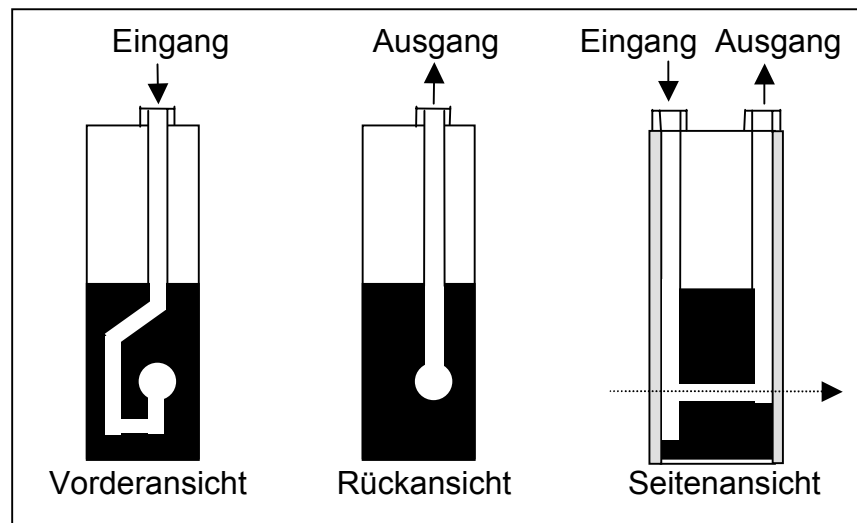


Abb. 3-18. Aufbau der Durchflußküvette (aus [48]).

Wegen des aus der Umgebung stammenden Streulichtes, das auf den Detektor trifft, steigt der Meßfehler mit der Extinktion exponentiell an (siehe Tab. 3-3). Das Lambda 2S Spektrophotometer besitzt eine Streulichtspezifikation von 0,02 % Transmission T.

Tab. 3-3. Fehlerrate in Abhängigkeit der Streulichtspezifikation bei unterschiedlichen Extinktionen [48].

Extinktion	Meßfehler bei 0,02 % T Streulicht
0,5	0,05 %
1,0	0,09 %
1,5	0,19 %
2,0	0,43 %
2,5	1,08 %
3,0	2,63 %

Die Messungen in dieser Arbeit wurden lediglich mit einer maximalen Extinktion von 2,0 durchgeführt, da der Meßfehler bei höheren Extinktionen zu groß ist.