



Untersuchungen von Quecksilberverbindungen mittels Ionenmobilitätsspektrometrie (IMS) in Kombination mit einer Thermodesorptionseinheit

B. Sc. Water Science
Senem Kara
Universität Duisburg – Essen
Instrumentelle Analytische Chemie

9 Oktober 2013

Problematik

- Rauchgase der Industrie enthalten umwelt- und gesundheitsschädliche Schadstoffe
- Dazu zählen u.a. quecksilberhaltige Verbindungen
- Quecksilber und seine Verbindungen besitzen toxische, persistente und bioakkumulative Eigenschaften
- Deutschlandweit gilt seit 2004 ein Tagesgrenzwert von $30 \text{ } \mu\text{g Hg/m}^3$
- 2009 wurden insgesamt $5,1 \text{ t Hg}$ (Rauchgas) emittiert → 72 % der nationalen Gesamtemissionen an Hg



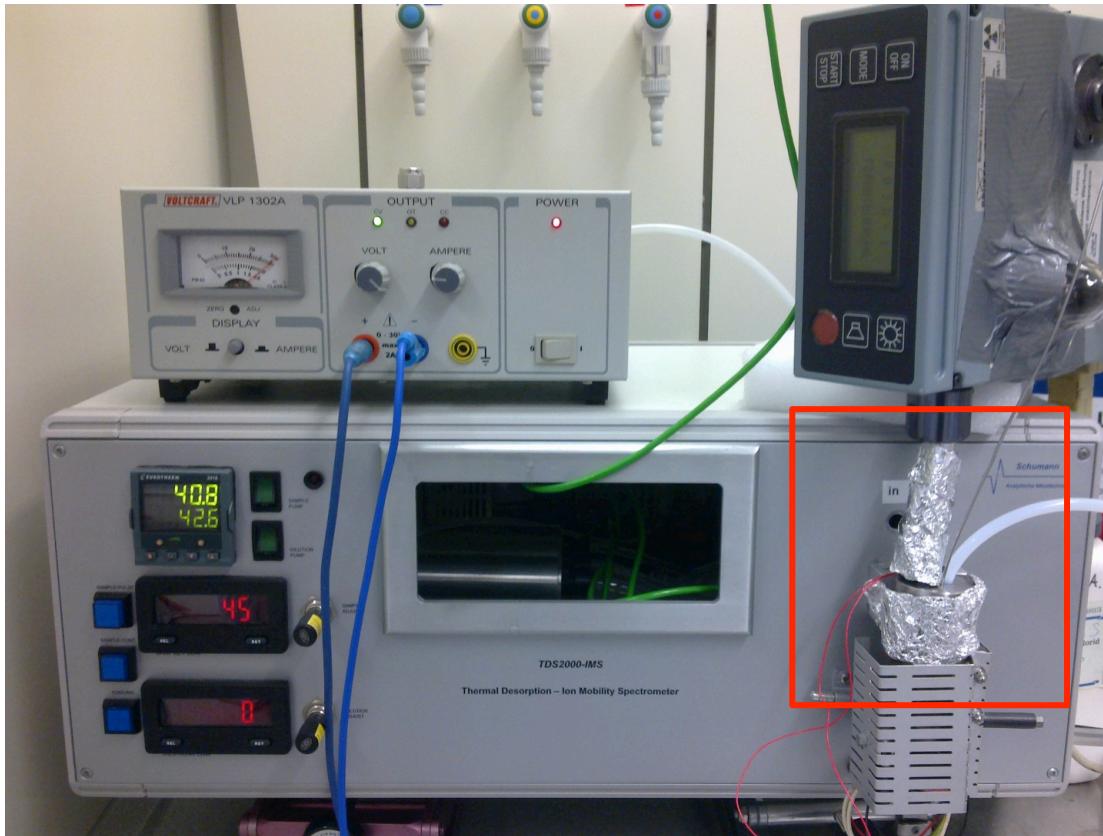
Ziele der Arbeit

- Methodenentwicklung einer schnellen on-line Analyse von Quecksilberverbindungen
- Unterscheidbarkeit der Oxidationsstufen von Hg(I) und Hg(II)
- Rauchgastemperatur von 40-60°C soll mittels einer thermischen Desorptionseinheit simuliert werden

Ionenmobilitätspektrometrie

- Analytisches Messverfahren zur Identifizierung unterschiedlicher chemischer Substanzen in der Gasphase basiert auf unterschiedlicher Geschwindigkeiten der Ionen in einem elektrischen Feld
- Detektion von flüchtigen organischen Verbindungen bei Umgebungstemperatur und unter Atmosphärendruck
- Niedrige Nachweisgrenzen, hohe Empfindlichkeiten und kurze Analysenzeiten
- Klein, leicht und robust
- ➔ gut geeignet für mobile on-line Messungen

Experimenteller Geräteaufbau



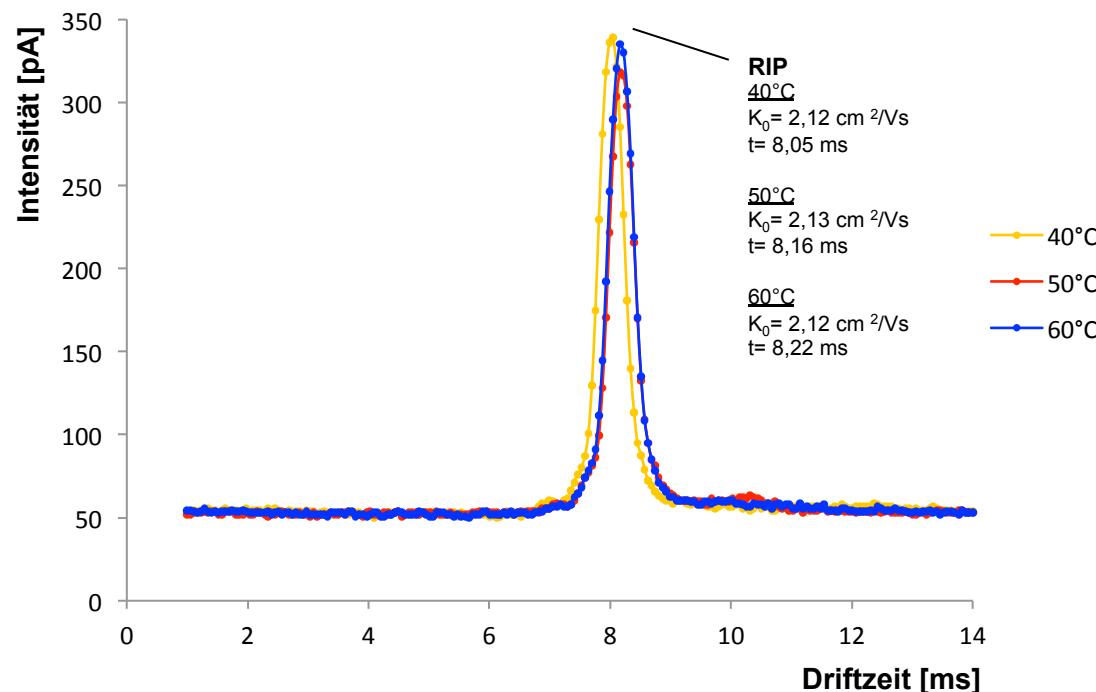
Vorgenommene Optimierungen:

- Möglichst kurzer Anschluss des IMS an TDS
- Verbindung zwischen TDS und IMS von außen mittels Heizfolien beheizt
- Regelmäßiger Wechsel der Molekularsiebfilter

Ergebnisse

Elementares Quecksilber (Hg^0)

IMS-Spektren bei den Temperaturen 40-60°C mit synthetischer Luft als Trägergas im positiven Modus



Ionisierungspotential von N_2

1. Ionisierung zu N_2^+ (15,58 eV)

Ionisierungspotential von Hg^0

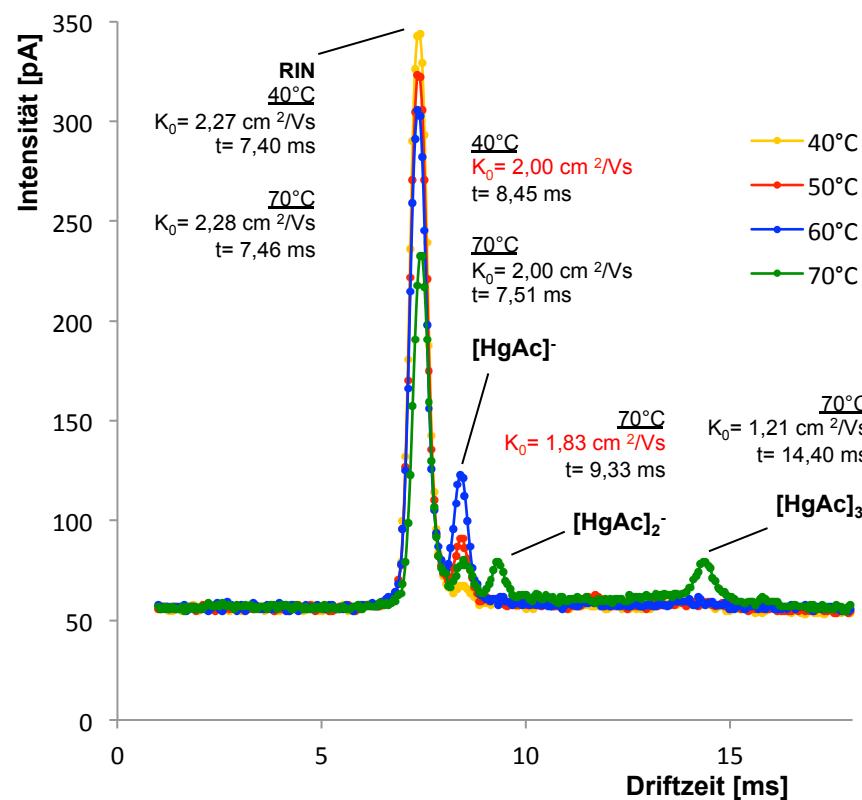
1. Ionisierung zu Hg^{+1} (10,43 eV)
2. Ionisierung zu Hg^{+2} (18,75 eV)
3. Ionisierung zu Hg^{+3} (34,20 eV)

Ionisierungspotential von N_2 sollte ausreichen, um das elementare Quecksilber Hg^0 in seine stabile Oxidationsstufe Hg^{+1} zu oxidieren

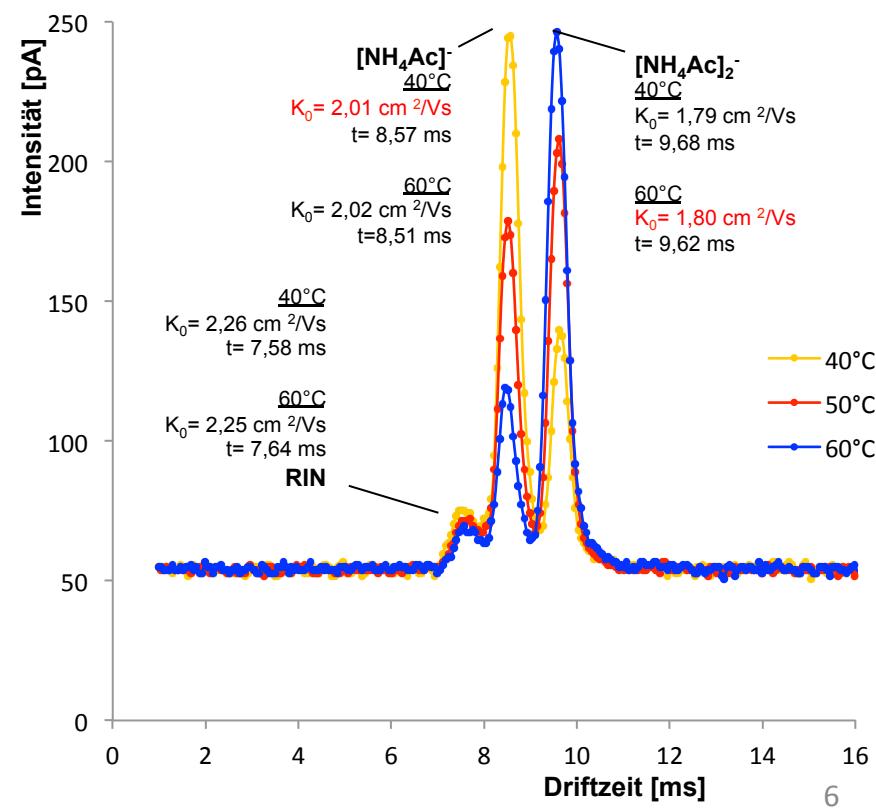
→ keine PIP :
-kurzlebige Ionen
-Signale von Hg^0 in demselben Bereich des RIP-Peaks

Vergleich von HgAc mit NH₄Ac

IMS-Spektren von **HgAc** bei den Temperaturen 40-70°C mit synthetischer Luft als Trägergas im **negativen Modus**

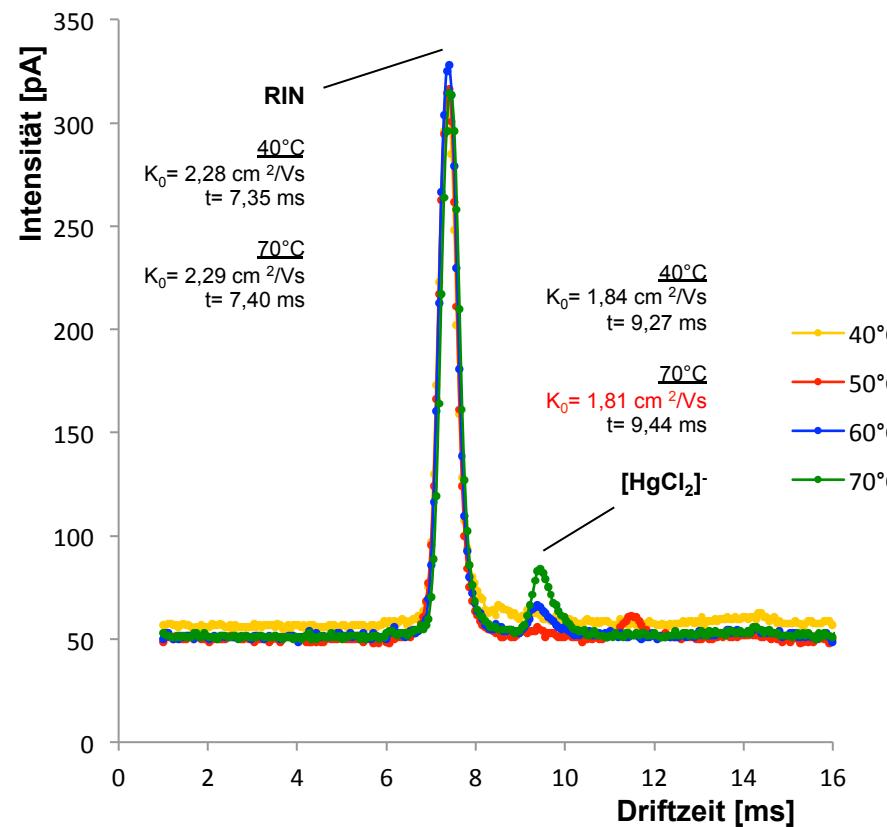


IMS-Spektren von **NH₄Ac** bei den Temperaturen 40-60°C mit synthetischer Luft als Trägergas im **negativen Modus**

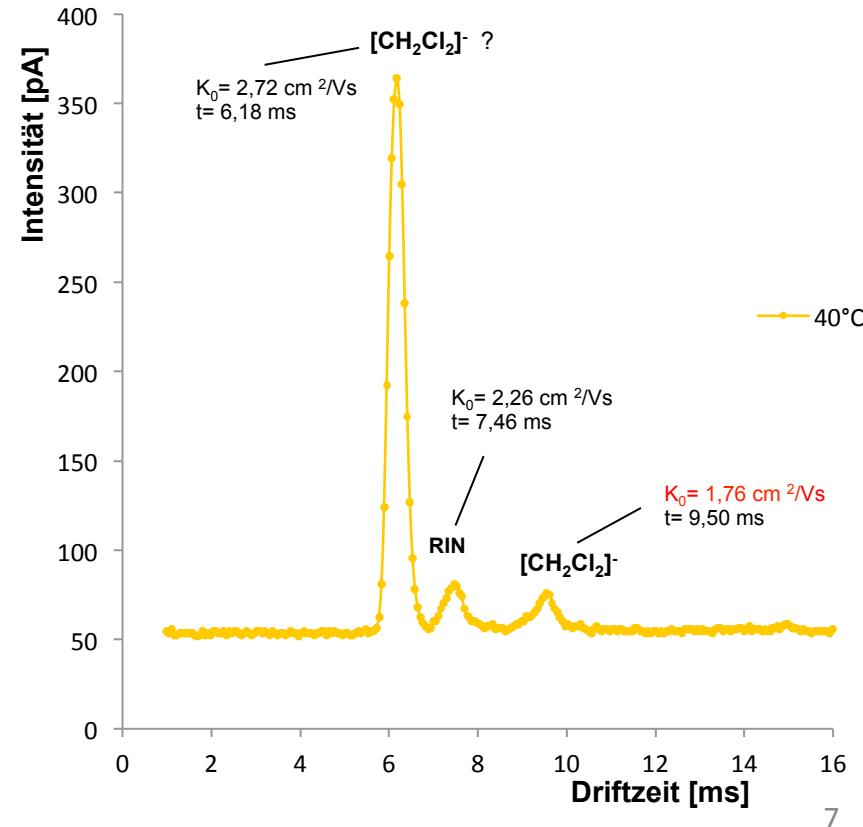


Vergleich von HgCl_2 mit CH_2Cl_2

IMS-Spektren von HgCl_2 bei den Temperaturen 40-70°C mit synthetischer Luft als Trägergas im **negativen Modus**

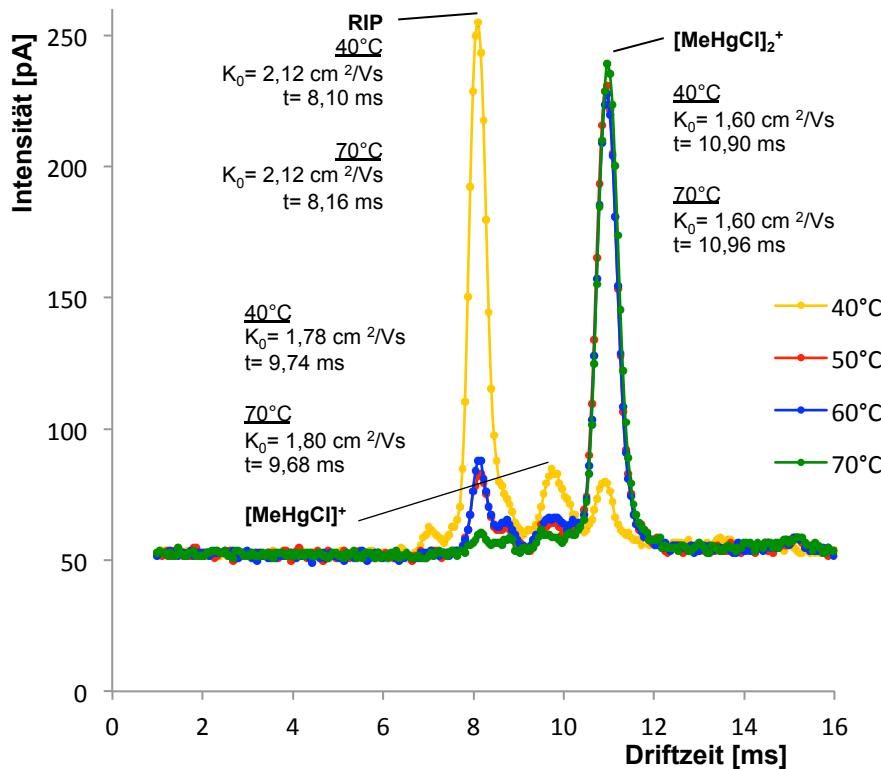


IMS-Spektren von CH_2Cl_2 bei der Temperatur 40°C mit synthetischer Luft als Trägergas im **negativen Modus**

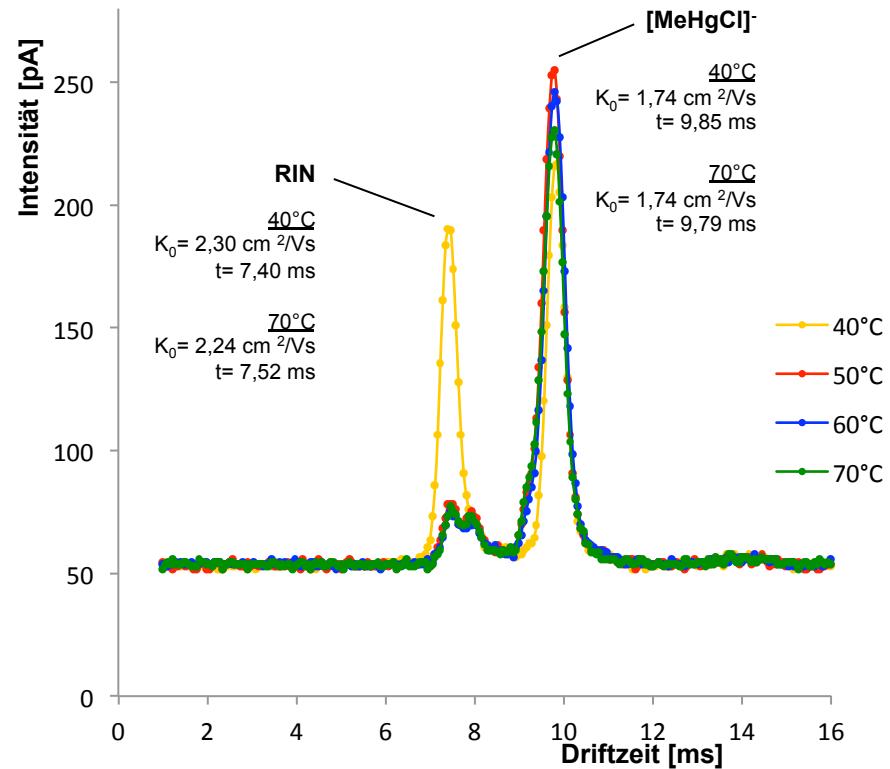


Methylquecksilberchlorid

IMS-Spektren von **MeHgCl** bei den Temperaturen 40-70°C mit synthetischer Luft als Trägergas im **positiven Modus**



IMS-Spektren von **MeHgCl** bei den Temperaturen 40-70°C mit synthetischer Luft als Trägergas im **negativen Modus**

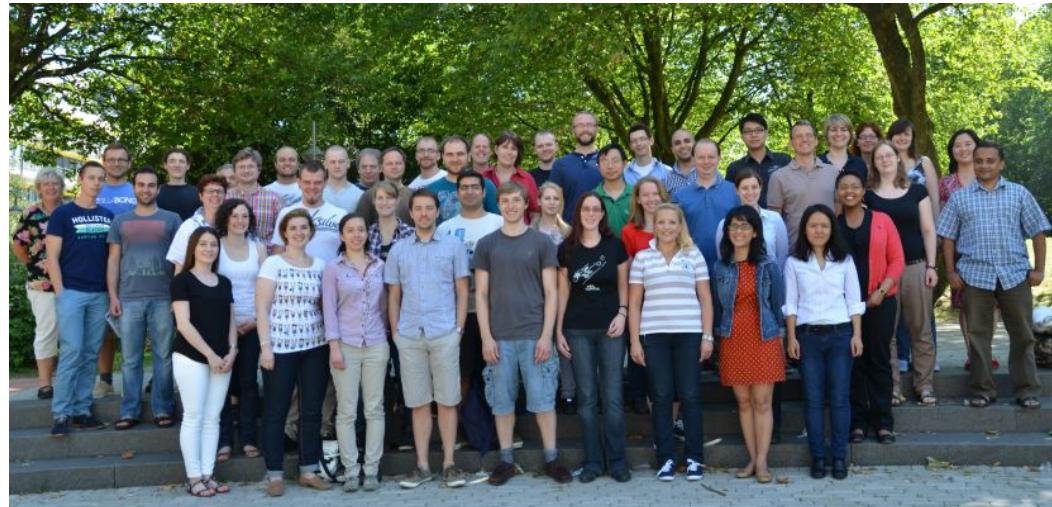


Fazit

- Analyse von folgenden Quecksilberverbindungen mittels IMS möglich:
 - HgCl_2
 - HgBr_2
 - HgAc
 - MeHgCl
- Ausschließlich im **negativen** Modus Produkt-Ionen beobachtet
 1. Halogenid
 2. Acetat
- Produkt-Ionen von Methylquecksilberchlorid konnten im **negativen** und im **positiven** Modus registriert werden

Persönliche Erfahrung & Empfehlungen

- Gute Betreuung von großer Bedeutung
 - Gut zuhören, daraus viel Lernen
- Effektives Zeitmanagement erspart viel Ärger
 - Rechtzeitig anfangen zu schreiben
- Genug Zeit für die Korrektur einplanen
 - Am besten kapitelweise damit anfangen



Vielen Dank!

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN

Offen im Denken