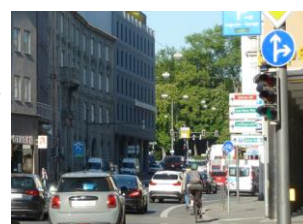


ULTRAFEINE PARTIKEL – PROJEKT UFP-CHEM

Chemische Charakterisierung ultrafeiner Partikel

Für die Charakterisierung der chemischen Zusammensetzung ultrafeiner Partikel (UFP) existieren bisher keine Messverfahren, die sich für den Routineeinsatz eignen. Bereits die Gewinnung einer für die Untersuchung ausreichenden Probenmenge stellt eine große Herausforderung dar. Im Rahmen der Kooperation des Instituts für Wasserchemie mit dem Bayerischen Landesamt für Umwelt wurden verschiedene Methoden auf ihre Eignung für die Offline-Analyse von Aerosolsammlungen getestet. Dabei lag der Fokus insbesondere auf der Analyse der mittel- bis schwerflüchtigen Inhaltsstoffe der UFP.



Probenahme

Die Probenahmestelle für alle Testmessungen befand sich im Aerosol-Messfeld des Instituts für Wasserchemie in Großhadern. Die Sammlung der UFP erfolgte durch Impaktion mithilfe des ELPI-Kaskadenimpaktors (Dekati).

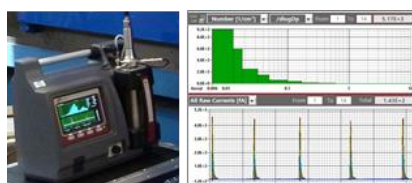


Fig. 1: Größenselektive Trennung lufttragener Partikel

Die UFP wurden auf Aluminiumfolien abgeschieden und anschließend der Offline-Analyse zugeführt.

Analytik

Im Rahmen des Projektes wurden neue Ansätze und Methoden zur chemischen Charakterisierung von UFP erarbeitet und getestet.

Thermodesorption

Die für die Thermodesorption entwickelten Zellen zeichneten sich durch eine hohe Desorptionseffizienz aus und boten eine hohe Reproduzierbarkeit der Desorption.

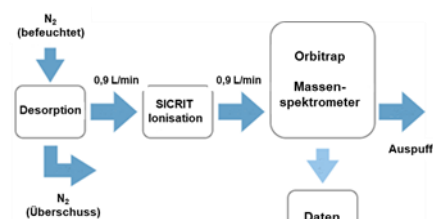


Fig. 2: Schematischer Messaufbau der Desorption/Atmosphärenionisation/Massenspektrometrie

Als nachteilig erwies sich die hohe thermische Trägheit der Apparatur, die zu vergleichsweise langen Abkühlzeiten zwischen den Messungen führt, sowie das starke Aufheizen des für den Transfer des Aerosols zur Ionenquelle des Massenspektrometers verwendeten Stickstoffstroms.

Laserdesorption

Der Einsatz eines 450 nm-Lasers für die punktuelle Anregung und Erhitzung der Partikel auf der Substratoberfläche ermöglicht es, die Desorption bei Raumtemperatur zu betreiben.

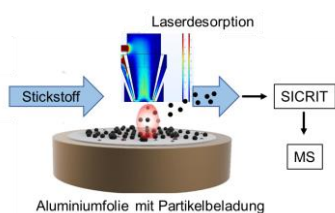


Fig. 3: Schematischer Messaufbau der Laserdesorption/Massenspektrometrie

Die Optimierung des Desorptionsprinzips erfolgte durch die Umrüstung eines kommerziellen Lasergravierers mit einer in der Werkstatt des Instituts angefertigten Doppeldüse. Die Anregungswellenlänge von 10,6 µm ermöglicht eine schonende Desorption. Mit diesem Aufbau ist es möglich, alle Partikelfractionen eines Kaskadenimpaktors mit einer Messdauer von lediglich 3 Minuten pro ELPI-Plättchen zu bestimmen. Nachteilig erscheint, dass die Laserdesorption schwerer flüchtige Komponenten möglicherweise nicht quantitativ erfasst.

HPLC-Fluoreszenz-Spektroskopie

Als ergänzende Messmethode wurde die HPLC-Fluoreszenzspektroskopie eingesetzt. Durch zeitaufwendige Extraktion und

hochoptimale Gradientenprogramme bietet diese Methode hohe Sensitivität für organische Substanzen.

Raman-Spektroskopie

Es konnte gezeigt werden, dass nicht desorbierte Impaktionssots mittels RAMAN-Spektroskopie untersucht werden können, um z.B. Verbindungen wie Ammoniumnitrat, aber insbesondere Rußpartikel unterschiedlicher Beschaffenheit zu analysieren. Dies erlaubt es, neben der massenspektroskopischen Analyse durch LD-SICRIT-MS auch Raman-Spektroskopie als orthogonale Analyse-methode anzuwenden.

Rasterelektronenmikroskopie und Röntgenfluoreszenzanalyse

Ausgewählte ELPI-Plättchen konnten zusätzlich mit Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse untersucht werden, um morphologische und elementanalytische Informationen zu gewinnen. Diese Analyse ist sehr zeitaufwändig.

Fazit

Die Analyse mittels Laserdesorption-SICRIT-MS eignet sich sehr gut für das Monitoring der Partikelzusammensetzung und deckt im täglichen Betrieb in Zusammenschluss mit Raman-Spektroskopie die qualitative Analyse gut ab. Auch der Einsatz von HPLC-MS oder HPLC-Fluoreszenzspektroskopie weiterhin sinnvoll, um quantitative Bestimmungen vorzunehmen.

Ausblick

Weiterentwicklung der Apparatur. Der Fokus sollte auf der Optimierung der Steuerung und Maschinengeometrie liegen, um ein für den Laboralltag geeignetes Gerät anzustreben.