

Bestimmung von Schwefel in biologischen und Umweltproben mit High-resolution Molekülabsorption im Graphitrohrfen und direkter Festprobenanalyse

Molekülabsorption im Graphitrohrfen wurde von Dittrich [1] bereits vor mehr als 30 Jahren zur Bestimmung von Nichtmetallen vorgeschlagen, wobei allerdings die damals verfügbaren Atomabsorptionsspektrometer für diesen Einsatz nicht sonderlich geeignet waren. Mit der Einführung von Spektrometern zur High-resolution Continuum Source AAS änderte sich die Situation signifikant; Heitmann et al. [2] beschrieben erstmals die Bestimmung von Fluor, Chlor, Schwefel und Phosphor mit High-resolution Molekülabsorption im Graphitrohrfen (HR-GF MAS). Diese Technik stellt allerdings an den Analytiker etwas höhere Anforderungen als die GF AAS, da nicht nur Analytverluste im Pyrolyseschritt vermieden (Einsatz von Modifiern), sondern auch die Bildung der gewünschten thermisch stabilen Moleküle gefördert werden müssen. Für die Bestimmung von Schwefel hat sich das Kohlenmonosulfid-Molekül CS mit einer Dissoziationskonstante von 713 kJ mol^{-1} und einer Absorptionsbande mit ausgeprägter Rotations-Feinstruktur bei 275,5–258,5 nm bewährt [2]. Heitmann et al. [2] verwendeten dabei eine Beschichtung der Plattform mit Zr und Ca als zusätzlichen Modifier. Letzterer eignete sich allerdings nicht für die direkte Festprobenanalyse biologischer Materialien; für diese Anwendung erwies sich schliesslich Palladium zusätzlich zu einer Beschichtung mit Zr oder W als optimal. Andererseits war aber Pd nicht geeignet Schwefel in Bezugslösungen ausreichend zu stabilisieren, die aus anorganischen Schwefelverbindungen hergestellt wurden. Lediglich Thioharnstoff eignete sich für die Herstellung von Standardlösungen, die zur Kalibrierung bei der direkten Festprobenanalyse biologischer Materialien verwendet wurden. Die Bestimmung von Schwefel in Kohle gelang bisher nur mit Kalibrierung gegen Feststoffstandards; die Untersuchungen auf diesem Gebiet sind noch nicht abgeschlossen. Insgesamt kann jedoch gesagt werden, dass die routinemässige Bestimmung von Schwefel mit HR-GF MAS zumindest für einige Probenarten bereits in greifbare Nähe gerückt ist und in Zukunft mit Sicherheit eine erhebliche Bedeutung erlangen wird.

[1] K. Dittrich, Anal. Chim. Acta 97 (1978) 59-68.

[2] U. Heitmann, H. Becker-Ross, S. Florek, M.D. Huang, M. Okruss, J. Anal. At. Spectrom. 21 (2006) 1314-1320.

Prof.Dr. Bernhard Welz
Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Brasilien