

Von der AAS zur MAS – Analytik von Nichtmetallen

In der anorganischen Elementanalytik ist die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) aufgrund ihrer hohen Selektivität und Spezifität ein etabliertes Analysenverfahren. Die verschiedenen Atomisierungstechniken (Flammen-AAS, Graphitrohr-AAS und Hydrid-AAS) ermöglichen es, eine Vielzahl an Elementen über einen großen Konzentrationsbereich zu bestimmen. Zudem bietet die Graphitrohr-AAS die attraktive Möglichkeit, Feststoffe direkt, d.h. ohne Probenvorbereitung, zu analysieren. Nachteile der klassischen AAS, wie Wechsel der Hohlkathodenlampen oder das Versagen der ZEEMAN-Untergrundkompensation bei strukturierter Untergrundabsorption sind dabei nicht von der Hand zu weisen.

Mit der High-Resolution Continuum Source AAS (HR-CS-AAS) wurde die klassische AAS weiterentwickelt, wodurch die Elementpalette der AAS vergrößert wurde und zudem Bestimmungen in komplexeren Matrices möglich sind.

Kernstück der HR-CS-AAS ist eine Xenonkurzbogenlampe, die ein kontinuierliches Spektrum bis in den fernen UV-Bereich aussendet, wodurch jede Wellenlänge im Bereich von 190-900 nm ausgewählt werden kann. Die Strahlung wird durch ein Prisma und ein Echelle-Gitter hochaufgelöst, und mittels einer CCD-Zeile können ca. 0,2-0,7 nm aus dem jeweiligen Spektrum detektiert werden. Aufgrund dieses neuen Konzeptes ist es möglich, Nichtmetalle zu bestimmen und strukturierten Untergrund zu erkennen und zu korrigieren. Die Direktbestimmung von Nichtmetallen in der AAS ist ohne zusätzliche Bauteile nicht möglich, da die Resonanzlinien der Nichtmetalle unter 190 nm liegen. Eine attraktive Möglichkeit zur Bestimmung der Nichtmetalle besteht allerdings darin, Moleküle im Graphitrohr zu generieren. Sofern diese Moleküle bei höheren Temperaturen stabil sind und im Bereich von 190-900 nm absorbieren, ist eine Bestimmung mit einem HR-CS-Atomabsorptionsspektrometer möglich.

Auf diese Weise wurde Brom mittels High-Resolution Continuum Source Molekülabsorptionsspektrometrie (HR-CS-MAS) bestimmt. Durch Injektion einer Calciumacetat- und einer Kaliumbromidlösung wurden im Graphitrohr Calciumbromidmoleküle erzeugt. Um reproduzierbare CaBr-Absorptionsspektren (Abb.1) zu erhalten, wurde ein Pd/Mg-Modifier verwendet und das Graphitrohr zusätzlich mit Zirkonium beschichtet. Die Struktur des CaBr-Absorptionsspektrums ist auf CaBr-Rotationsbanden zurückzuführen.

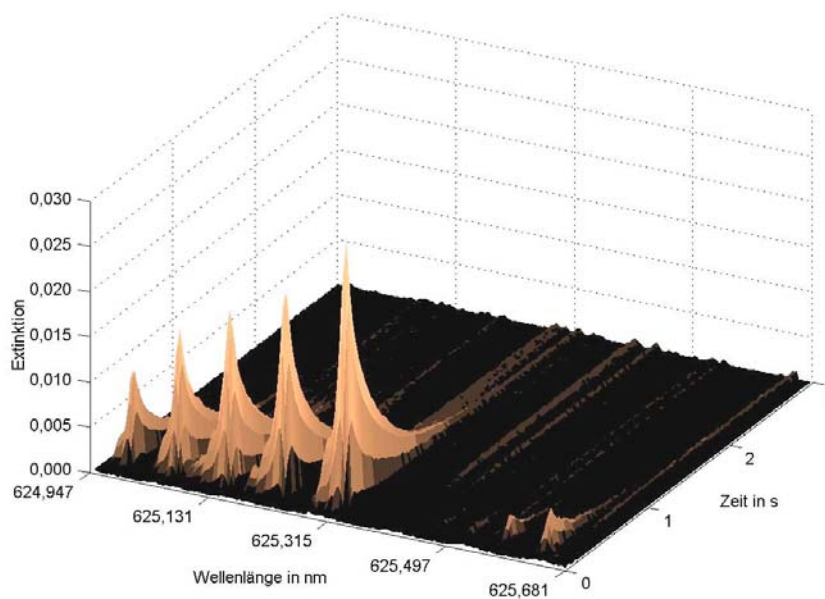


Abb. 1 CaBr-Absorptionsspektrum erhalten durch Injektion von 5 μL einer 2%igen m/v Ca-Lösung (in Acetatform) und 10 μL einer 0,6 mg/L Bromidlösung

Anschließend wurden wichtige analytische Kenngrößen der Methode bestimmt. So erstreckt sich der lineare Bereich auf drei Größenordnungen mit einer Nachweisgrenze von 35 $\mu\text{g/L}$. Die Richtigkeit der Methode wurde durch Bestimmung der Wiederfindungsrate von drei bromhaltigen Salzen (Natriumbromid, Kupfer(II)bromid und Tetrabutylammoniumbromid) nachgewiesen. Die HR-CS-MAS stellt somit eine einfach zu handhabende, schnelle und kostengünstige Methode dar, Brom im oberen $\mu\text{g/L}$ -Bereich zu bestimmen. Zudem wurde gezeigt, dass auch eine Analyse von organisch gebundenem Brom möglich ist.

Danksagung

Besonderer Dank gilt der Analytik Jena AG für die großzügige Bereitstellung des contrAA[®] 700.

Tobias Limburg, Einax, J.W.
Friedrich-Schiller-Universität Jena,