

Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

Zusammenfassung

Mit Hilfe eines Atomabsorptionsspektrometers wurden die Konzentrationen von Arsen und Lithium in drei verschiedenen Mineralwässern bestimmt.

Resultate

Konzentrationen von Lithium:

A: 32,7 +/- 0,6 ppb

B: 0,6 +/- 0,7 ppb

C: 84,8 +/- 1,2 ppb

Konzentrationen von Arsen:

A: 3 +/- 7 ppb

B: 0,4 +/- 2,6 ppb

C: 0,6 +/- 3,3 ppb

Assistent: Hansruedi Kuhn

Zürich, den 03.06.2003

Albrecht Aegerter, Hans Christian Lehmann
Analytisch-Chemisches Praktikum I, Sommersemester 2003.

1. Einführung

Die chemischen Elemente können mit der AAS aufgrund ihrer charakteristischen Lichtabsorption bestimmt werden. Dabei werden ihre elektronischen Zustände angeregt.

Die Grundlage der Atomabsorptionsspektrometrie liegt in der sogenannten Resonanzabsorption in Gasen. Die Atome werden daher in den ersten angeregten Zustand gesetzt, da sie dort mit einer charakteristischen Energie absorbieren. Eine Hohlkathodenlampe (HKL) mit dem zu analysierenden Element als Kathode erzeugt das Emissions-Spektrum des betreffenden Elementes. Im Strahlengang befindet sich in der sogenannten Atomisierungseinheit die zu analysierende Probe im Gaszustand, deren Atome im Bereich der Resonanzlinie absorbieren. Die Intensität der Resonanzlinien steht in unmittelbarem Zusammenhang zur Zahl der absorbierenden Teilchen, entsprechend des Lambep-Bier'schen Gesetzes. Als Atomisierungseinheit wird in der Flammen-AAS eine Acetylen-Luft-Flamme eingesetzt. Diese hat die Aufgabe, die Probe zu verdampfen und thermisch zu zersetzen, so daß im Aerosol möglichst viele Atome vorliegen. Störungen können hier durch die Bildung von Molekülen (im Grundzustand), von angeregten Molekülen, Ionen, angeregten Atomen und Radikalen auftreten.

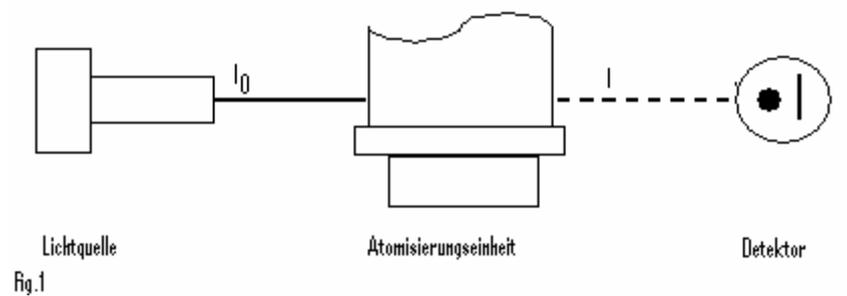
Während der Messung können Matrixeffekte auftreten, die zum Beispiel aus viskoserer Lösungen als der Standardlösung resultieren. Denn so arbeitet der Zerstäuber weniger effektiv, was zur Folge hat, daß ein zu tiefes Signal gemessen wird. Um das Problem der Matrixeffekten zu umgehen, benützt man die Methode der Standardaddition. Man versucht die unbekannte Konzentration zu erhalten, indem man zu einer Probe mehrmals das gleiche Volumen einer genau bekannten Konzentration des Analyten hinzugibt. Man erhält dann eine Gerade und deren Schnittpunkt mit der x-Achse ergibt die gesuchte Konzentration.

2. Experimentelles

2.1 Messgeräte

Das AAS-Gerät besteht aus folgenden Teilen (s. Fig. 1):

- 1) Lichtquelle (Hohlkathodenlampe)
- 2) Atomisierungseinheit
- 3) Detektor



1) Lichtquelle: Alle Atome müssen im Experiment mit einer, ihr spezifischen, Wellenlänge bestrahlt werden. Daher müssen die Hohlkathodenlampen aus dem Element bestehen, das analysiert werden muss. Daraus wird schlussgefolgert, dass die AAS eine Eielementmethode ist. Es ist gänzlich unmöglich, verschiedene Elemente zur gleichen Zeit zu messen.

2) Atomisierungseinheit: Im Experiment müssen die Atome in der Gasphase vorliegen, daher wird die gelöste Substanz zuerst atomisiert. Die Analytlösung wird also mit der Flammenmethode zu einem Aerosol zerstäubt bevor es in der Flamme atomisiert wird.

In der Elektrothermalen Atomisierung wird die Analytlösung bis zur Atomisierung aufgeheizt. Das geschieht in einem Graphitrohr, das man auch L'vov Plattform nennt. Bei dieser Methode verdampfen zuerst das Lösungsmittel sowie etwaige organische Komponenten. Es wird eine geringere Menge der Lösung benötigt. Einige Elemente können nicht mit dieser Methode bestimmt werden, da sie mit dem Graphitrohr reagieren.

3) Detektor: Der Detektor wandelt die Lichtintensität in ein elektrisches Signal. Danach errechnet der Computer das Spektrum nach dem Gesetz von Lambert Beer.

2.2 Messungen

Im Experiment wurden die Konzentrationen von Arsen und Lithium in drei verschiedenen Mineralwassern gemessen.

Um eine Kalibrationsgerade zu erhalten, wurden folgende Konzentrationen für das Lithium hergestellt. Zusätzlich wurde jedem dieser Lösungen 30 mg CsCl hinzugefügt, damit das Lithium nicht ionisiert. Zusätzlich erhöht es die Elektronenkonzentration der Flamme.

Die Wellenlänge des Lithiums Betrag während des Experimentes 670.8 nm. Die Flamme bestand aus einem Luft/Acetylgemisch.

Die drei Mineralwasser wurden noch je mit 1 ml 1% HNO₃ angereichert. Mit jeder Konzentration wurden fünf Messungen durchgeführt.

Da die Arsenmessung sehr sensitiver ist als die Lithiummessung, wurde als Atomisierungseinheit das Graphitrohr anstelle der Flamme gewählt. Zu diesem Zwecke wurde eine Standardlösung von 10ppb hergestellt. Unsere Arsenlösung hatte eine effektive Konzentration von 12.31ppb. Das Spektrometer stellt automatisch die Messsubstanz zusammen, der aus der Standardlösung, dem Blank und den drei Mineralwassern besteht. Für jede Konzentration wurden drei Messungen durchgeführt.

Abgewogene Mineralwasser:

A: Contrex

B: Ulmeta Naturale

C: Christalp Saxon

	Abgewogenes Mineralwasser [g]	Zusatz 1% HNO ₃ -Säure [g]	Zusatz CsCl [g]
A	49.046	0.790	0.023
B	49.256	0.716	0.026
C	49.590	0.810	0.028

Tabelle 1, Lithium Lösungen

	Abgewogenes Mineralwasser [g]	Zusatz 1% HNO ₃ -Säure [g]
A	101.409	1.526
B	100.126	1.558
C	102.033	1.467

Tabelle 2, As Lösungen

3. Resultate und Auswertung

3.1 Lithium

	<i>Mittelwert</i>	<i>Standardabweichung</i>	<i>Mittlere Abweichung</i>
<i>mineral A</i>	0,0064588	4,11E-05	3,32096E-05
<i>mineral B</i>	3,115E-05	8,84E-05	6,78927E-05
<i>mineral C</i>	0,0168708	1,85E-04	0,000152796

Korrigierte Absorbanzen

<i>Messulg</i>	<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>Mittelwert</i>
<i>Blank</i>	0,000279843	0,000159173	-0,000382556	-7,16514E-05	1,3233E-05	-3,915E-07
<i>25 ppb</i>	0,004681897	0,004806496	0,00458366	0,004602555	0,00485315	0,004705552
<i>50 ppb</i>	0,009236808	0,009534085	0,009446627	0,00837034	0,00801306	0,008920183
<i>100 ppb</i>	0,018957805	0,018972563	0,019382816	0,019102815	0,01899404	0,019082009
<i>200 ppb</i>	0,038337827	0,038529659	0,038275547	0,038531508	0,03863844	0,038462597

3.2 Arsen

Siehe beigefügtes Datenblatt.

4. Diskussion

Der Versuch verlief im Großen und Ganzen unproblematisch. Bei der Herstellung der Lithiumstandards wurde aus Versehen die Lösungen zweimal um den Faktor Tausend verdünnt, daß heißt, es wurden parts per trillion (ppt) Lösungen hergestellt. Dieser Fehler wurde bei der Kalibrierung festgestellt und korrigiert. Des weiteren wurde einmal die Zugabe des Caesiumchlorides übersehen, was ebenfalls bei der Kalibrierung festgestellt wurde.

In allen drei Mineralwässern ist sowenig Arsen enthalten, daß es mit unseren Methoden nicht nachgewiesen werden kann, was sich in einem Fehler äußert, der größer als die Standardabweichung ist. Das gleiche gilt auch für das Lithium in Mineralwasser B. Bei den anderen beiden Mineralwässern wurden für Lithium vernünftige Resultate erhalten.

5. Literatur

[1] Hansruedi Kuhn, *Versuchsanleitung zur AAS*, Zürich, 1996.

[2]

6. Anhang

Dem Bericht sind die statistischen Tabellen und Graphiken beigelegt.