

## Analytisch-chemisches Praktikum

### Beispiel                      Atomabsorptionsspektroskopie

**Betreuung:** Fabian Kanz ([Fabian.Kanz@univie.ac.at](mailto:Fabian.Kanz@univie.ac.at); 40160-35640)

**Zeitplan:** 13:00 – 18:00 Uhr

**Lehrziele:** Der Umgang mit einem Atomabsorptionsspektrometer mit Anregung im Graphitrohr (GFAAS) soll durch das Lösen folgender Aufgaben erlernt werden:

- 1.a.) Feststellung des linearen Bereiches der Kalibrationskurve (inkl. Methoden Kenngrößen)
- 1.b.) Bestimmung von Pb in einer realen Trinkwasserprobe
- oder--**
- 2.a.) Optimierung des Temperaturprogramms
- 2.b.) Bestimmung von Pb in einer realen Trinkwasserprobe
- oder--**
- 3.a.) Feststellung des linearen Bereiches der Kalibrationskurve (inkl. Methoden Kenngrößen)
- 3.b.) Bestimmung von Pb in einer realen Trinkwasserprobe mittels Standardaddition

**Theorie:** Die GFAAS ist eine äußerst empfindliche Methode zur quantitativen Bestimmung einzelner Elemente. Die Proben werden in einem Graphitofen eingebracht, getrocknet und atomisiert. Durch die so entstandene Atomwolke wird die emittierte, monochromatische Strahlung einer Hohlkathoden- oder EDL-lampe geleitet und die auftretende Absorption gemessen. Durch den Vergleich mit Referenzproben bekannter Konzentration, kann indirekt auf die Mengen der untersuchten Elemente rückgeschlossen werden. Das Lambert Beer'sche Gesetz stellt einen linearen Zusammenhang zwischen der Extinktion ( $A$ ) und der Teilchendichte ( $n$ ) her:

$$A = - \ln (I/I_0) = k \cdot d \cdot n$$

$I$  ist die austretende Strahlungsleistung in [W],  $I_0$  die eintretende Strahlungsleistung in [W],  $k$  der Absorptionskoeffizient in [cm<sup>2</sup>],  $d$  die Länge der absorbierenden Schicht in [cm] und  $n$  die Teilchendichte der freien Atome in [cm<sup>-3</sup>].

Werden die konstanten Terme zur Sensitivität ( $S$ ) zusammengefasst, entsteht ein linearer Zusammenhang zwischen Absorbanz ( $A$ ) und Konzentration ( $c$ ):

$$A = S \cdot c$$

Die entsprechenden Kapitel in folgenden Lehrbüchern dienen zur Vorbereitung für dieses Beispiel:

- M. Otto Analytische Chemie; 2. vollst überarb Auflage, Wiley-VCH, 2006
- Bernhard Welz, Michael Sperling; ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY; Wiley-VCH 1998 3. vollst. Rev. Auflage

**Einzureichen:** Gegebenenfalls eine mitgebrachte Trinkwasserprobe (Probennahme siehe FAQ's).

**Abzugeben:** Pb-Konzentrationen ( $\mu\text{g/L}$ ) der untersuchten Trinkwasserproben und die gewählten Kenngrößen.

**Ablauf:**

#### ***Herstellen der Standard für die Kalibration***

Es werden mind. 8 Standardlösungen ( $\text{H}_2\text{O}$  bidest.) im Bereich zwischen 0 und 1000 ppb (mind. 5 unter 100 ppb) hergestellt

#### ***Inbetriebnahme der AAS***

- Hauptventil Argonflasche öffnen (Druck kontrollieren)
- Hauptschalter AAS ein
- PC einschalten.
- WinLab starten

#### ***Geräteinstellungen***

- Lampen Justierung
- Methode definieren:  
Eingabe der relevanten Parameter in den diversen Registrierkarten: *Wellenlänge, Spaltbreite, Probenvolumen, Replicates, Standardkonzentrationen, Einheiten, Typ der Kalibrationsfunktion, ....*
- Sample Info File: *Welche Proben an welches Autosamplerposition und drgl.*

#### ***Messung***

- Kalibrierung
- Messung der Proben
- Messung des Leerwertes (11 Wiederholungen)
- Analysebericht

#### ***Optimierung des Temperaturprogrammes:***

Mit einem 50 ppb Standard wird zunächst die Vorbehandlungstemperatur und anschließend die Atomisierungstemperatur optimiert. Man erhält so eine Kurve für die Vorbehandlungstemp. und eine für die Atomisierungstemp. (A.s gegen  $T/^\circ\text{C}$ ).

---

**Methoden Kenngrößen nach DIN 32645**

11 Replicates vom Leerwert (H<sub>2</sub>O bidest.) dienen als Grundlage für die Berechnung folgender Kenngrößen nach der Leerwertmethode.

- **Nachweisgrenze:  $X_{NG} = 3 \times s_L / b$**   
- ist eine Entscheidungsgrenze für das Vorhandensein eines Stoffes in der Probe.
- **Erfassungsgrenze:  $X_{EG} = 6 \times s_L / b$**   
- Die Erfassungsgrenze ist der kleinste Gehalt eines Analyten, bei dem mit festgelegter Wahrscheinlichkeit ein Nachweis möglich ist.
- **Bestimmungsgrenze  $X_{BG} = 9 \times s_L / b$**   
- ist der kleinste Gehalt eines Analyten, der noch bestimmt werden kann.
- **Arbeitsbereich**
  - $s_L$  ... Wiederholstandardabweichung des Leerwertes (11 Wiederholungen)
  - $b$  ... Steigung der Kalibrierfunktion

**Außerbetriebnahme des Gerätes**

- Hauptschalter AAS aus
- Hauptventil Argonflasche schließen
- WinLab schließen
- PC herunterfahren.

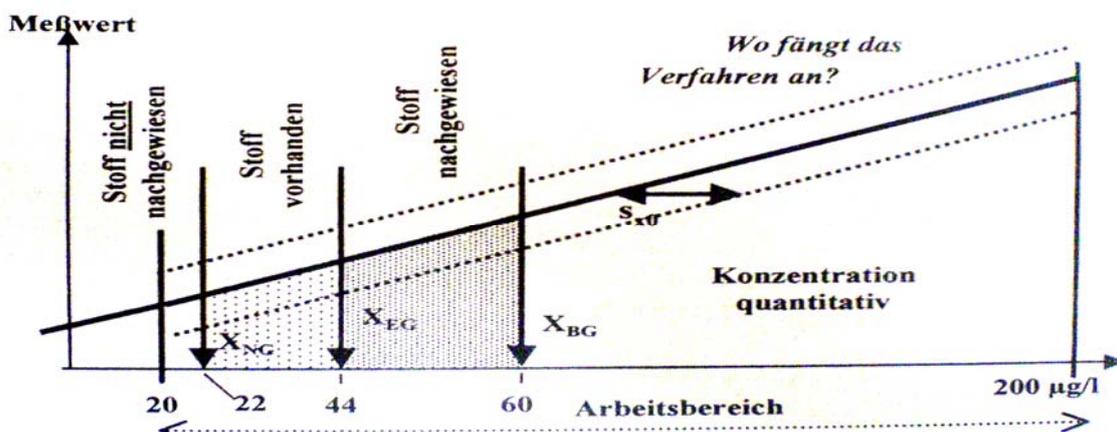
**Protokoll (je nach Aufgabenstellung):**

- Absorption / Zeitdiagramm eines Bleistandards
- Kalibrationskurve
- Linearer Bereich
- Nachweisgrenze, Erfassungsgrenze, Bestimmungsgrenze
- Kurve der Standardaddition und Auswertung
- Kurven der Temperaturoptimierungen
- Konzentration(en) der Probe(n)

**FAQ's:**

Zur Verdünnung der Standards ist ausschließlich doppelt destilliertes Wasser zu verwenden. Wiederbefüllung der Vorratsflasche (H<sub>2</sub>O bidest.) zeitgerecht bei den Laboranten!

**Arbeitsbereich, Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen:**



**Probennahme (von Zuhause):**

Als Probenbehälter können farblose Mineralwasserkunststoffflaschen fungieren, vor der eigentlichen Probennahme einige male ausspülen.

- Entnahme von 1 L H<sub>2</sub>O unmittelbar nach Öffnung des Wasserhahns.
- Entnahme von 1 L H<sub>2</sub>O nach 15 min Rinnen des Wasserhahns.

Bei Analyse am selben Tag kann die Probenvorbehandlung entfallen. Wird die Probe länger gelagert muss sie angesäuert (HCl s.p.) werden um Adsorptionsverluste zu vermeiden.

**Zur Information - Die derzeitigen Grenzwerte für Wiener Wasser:**

Derzeit gilt gemäß der Trinkwasser-VO 2001 ein Grenzwert von 50 Mikrogramm/Liter Blei im Trinkwasser. Sie sieht allerdings eine Grenzwertreduktion auf 25 Mikrogramm/Liter mit 25.12.2003 und auf 10 Mikrogramm/Liter mit 25.12.2013 vor.

**Geräte / Inventar:**

GFAAS 4100Z Atomabsorptionsspektrometer von PerkinElmer

1x 500 mL Vorratsflasche mit 10 ppm Pb-Standardlösung

1 x 500 mL Spritzflasche H<sub>2</sub>O bidest.

1 x 500 mL Spritzflasche 7N HNO<sub>3</sub> (s.p.)

1 x 2500 mL Vorratsflasche H<sub>2</sub>O bidest.

2x 250 mL Messkolben

4 x 100 mL Messkolben

6 x 25 mL Messkolben

6 x 10 mL Messkolben

2 x 200 mL Bechergläser

1 x 100 ... 1000 µL Gilson Pipette (gemeinsam mit AAS)

1 x 1000 ... 5000 µL Gilson Pipette (gemeinsam mit AAS)

je 1 x Vollpipetten: 3 mL, 5 mL, 10 mL und 25 mL

1 x Peleusball

---