

Plasmaspektrometrie in der Speziesanalytik

Ein gängiger und zugleich weit verbreiteter Weg des Eintrags flüssiger Proben in analytische Plasmen besteht in der kontinuierlichen Erzeugung eines Aerosols mittels pneumatischer Zerstäubung. Allerdings sind selbst im Falle der sogenannten Niedrigflusszerstäuber die für einen verlässlichen Betrieb erforderlichen Probenzuführungsraten um ein Vielfaches höher, als sie z.B. von (miniaturisierten) Trennsystemen bereitgestellt werden können, was immer dann relevant wird wenn, wie im Bereich der modernen Speziesanalytik, Trennsysteme mit elementspezifischer Detektion kombiniert werden müssen. Das Anpassen der Flussrate durch kontinuierliches Zumischen eines weiteren Flüssigkeitsstromes zum Eluenten ist oft unerlässlich, was weitere Probleme hinsichtlich des Nachweisvermögens und des chromatographischen Auflösungsvermögens infolge der Verdünnung oder evtl. Totvolumina mit sich bringen kann.

„Drop-on-demand“ Aerosolgenerator

Ein neuartiges System zur Erzeugung von Aerosolen aus sehr kleinen Flüssigkeitsströmen auf Basis des thermischen Tintenstrahl Druckverfahrens konnte bereits erfolgreich vorgestellt werden^[1]. Bei diesem ersten Test-System waren der Probenwechsel und die damit verbundenen Waschschriffe zeitaufwändig. Daher ist es das Ziel, den neu entwickelten „drop-on-demand“ (DOD) Aerosolgenerator mit gebräuchlichen Probenzuführungssystemen benutzen zu können. Die mit konventionellen Pumpen erreichbaren Probenflüsse sind jedoch um ein vielfaches größer, als die mit dem neuartigen Aerosolgenerator dosierbare Flüssigkeitsmenge von wenigen Mikrolitern pro Minute. Das bestehende System wurde durch das anbringen von Kapillarschläuchen so erweitert, dass ein kontinuierlicher Probenfluss in die Dosiereinheit möglich ist und überschüssige Probenflüssigkeit abfließen kann. Ein solches Durchflusssystem ermöglicht auch das einfache Spülen der Dosiereinheit bei einem Probenwechsel.

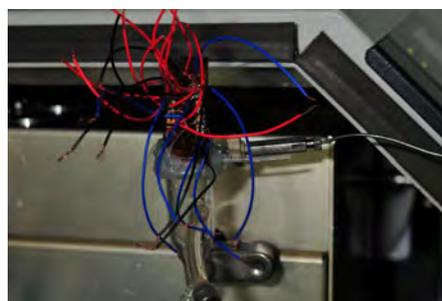
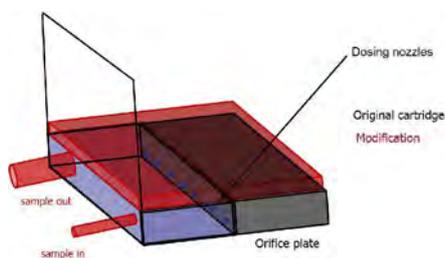


Abbildung 1: Modifizierte HP45 Druckerpatrone

In Abbildung 1 ist die Modifikation einer handelsüblichen Druckerpatrone dargestellt, wie sie in Verbindung mit einer eigens entwickelten Aerosoltransportkammer als neuartiges Aerosolzeugungssystem zum Einsatz kommt. Zudem eröffnet sich auf diese Weise auch die Möglichkeit, Trenntechniken wie die z.B. Ionenchromatographie an den neuartigen Aerosolgenerator anzuschließen, sofern das resultierende Totvolumen klein gehalten wird. Eine konventionelle Ionenchromatographiesäule (Tessek S HEMA 1000 Q-L 10 μ) wurde mit einem Fluss von 1 mL/min (PerkinElmer Series 200) und einem 0,003 mol/L Natriumcarbonatpuffer zur Trennung von Iodid und Iodat eingesetzt. Zur vergleichenden Überprüfung der ionenchromatographischen Trennleistung wurde ein UV/Vis Detektor (Linear UVIS 204) verwendet.

Ionenchromatographie

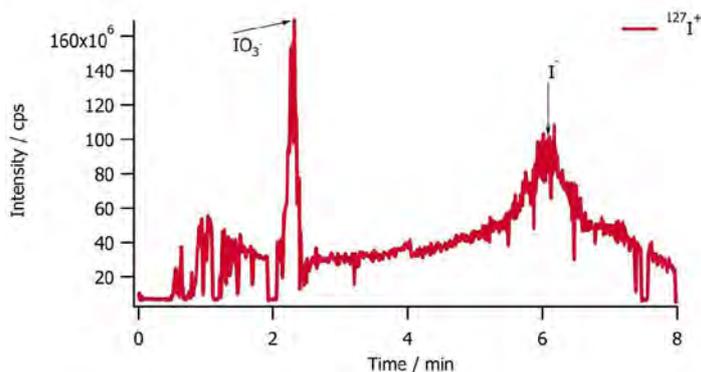


Abbildung 2: Ionenchromatographische Trennung von Iodat und Iodid - DOD-ICP-MS Detektion

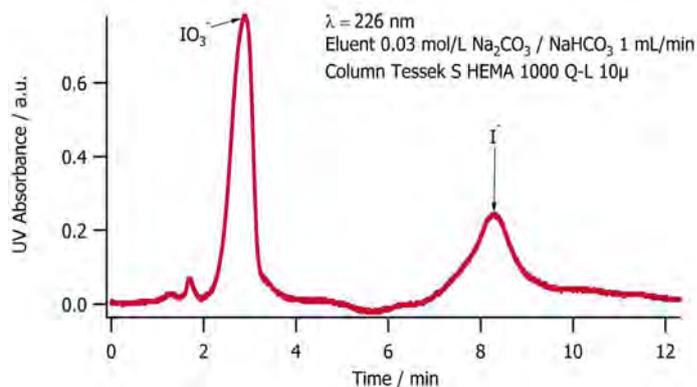


Abbildung 3: Ionenchromatographische Trennung von Iodat und Iodid - UV/Vis Detektion

Abbildung 2 zeigt die Ionenchromatographische Trennung von Iodat und Iodid mit elementmassenspektrometrischer Detektion unter Einsatz des neuartigen Aerosolgenerators. Beide Spezies sind deutlich zu identifizieren. Im Vergleich zur UV-Detektion (Abb. 3) ergeben sich leicht unterschiedliche Retentionszeiten, da für den UV/Vis Detektor höhere Analyt-Konzentrationen eingesetzt werden mussten.

Zusammenfassung und Ausblick

Es konnte gezeigt werden, dass konventionelle Trenntechniken an das neuartige Aerosolgenerationssystem angekoppelt werden können. Weitere Entwicklungen sollen eine vereinfachte Handhabung des Durchflusssystems sowie ein weiter minimiertes Totvolumen des Interfaces umfassen. Weiterhin sollen miniaturisierte Trennsysteme zum Einsatz gebracht werden, da hierbei die Eigenschaft des neuartigen „drop-on-demand“ Aerosolgenerationssystems, aus geringsten Probenflüssen effizient Aerosol zu generieren, besonders zum Tragen kommt.

Literatur

[1] Schaper, J. Niklas, Massmann, Jan, Petersen, Jan H., Bings, Nicolas H.; XXXIV Colloquium Spectroscopicum, Budapest (Ungarn) 2009 (poster).

Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei Peter Schöffel und Waldemar Maidanjuk, Mitarbeiter der feinmechanischen Werkstatt des Institutes für Anorganische und Analytische Chemie der Universität Mainz für Ihre tatkräftige Unterstützung sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) und dem Graduiertenkolleg „Spurenanalytik von Elementspezies: Methodenentwicklung und Anwendungen“ als auch der Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh) für finanzielle Unterstützung.