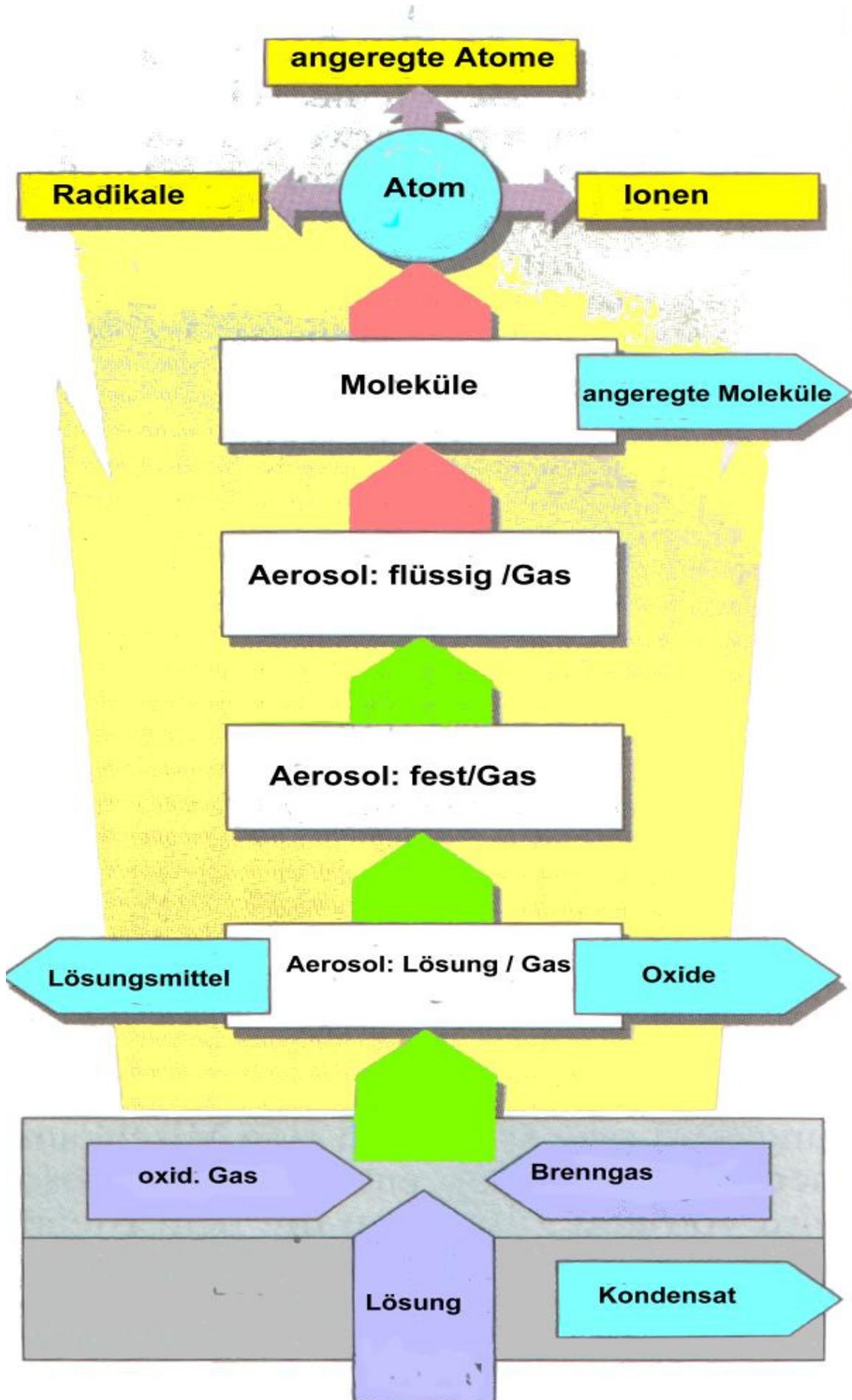


**Messprinzip der AAS:**

Grundlage der AAS ist die so genannte Resonanzabsorption in Gasen: Wird einpolychromatischer Lichtstrahl durch ein Gas in atomaren Zustand geschickt, so wird davon Strahlung ganz bestimmter Wellenlängen absorbiert. Eine Hohlkathodelampe (HKL) mit dem zu bestimmenden Element als Kathode erzeugt aufgrund einer elektrischen Glimmentladung das Emissionsspektrum des Elementes. Im Strahlengang befindet sich der so genannte Atomizer (der Atomisierungseinheit) die zu analysierende Probe im Gaszustand, deren Atome im Bereich der Resonanzlinie absorbieren. Die Intensität des primärlichtes wird dabei geschwächt. Spektrallinien, die nicht in Absorption treten, werden nicht geschwächt. Mit Hilfe eines Monochromators wird nur im Bereich der Resonanzlinie betrachtet. Die Schwächung der Resonanzlinie wird vom Detektor registriert.

**Chemisch-physikalische Vorgänge bei der Flammentechnik:**

Als Atomisierungseinrichtungen werden in der AAS vor allem Flammen eingesetzt (neben der Graphitrohrtechnik). Die Luft-Acetylen Flamme erreicht eine Temperatur von ca. 2550 K. Im Gegensatz zur Emissionsanalyse hat die Flamme die Aufgabe die Probe zu verdampfen und thermisch zu zersetzen. Man versprüht die Lösung der Analysensubstanz in speziellen Zerstäubern mit Mischkammern und führt die entstandenen feinen Nebeltröpfchen mit dem Gasstrom in die Brennkammer. Größere Tröpfchen werden als Kondensat abgeschieden. In der Brennkammer erfolgt die Vermischung mit dem Brenngas (z.B.: Acetylen) und einem zusätzlichen Oxidans (z.B. Luft). In der Flamme erfolgt eine Verdampfung des Lösungsmittels Wasser als Gas. Es bleiben im Aerosol feste Teilchen im Gasstrom zurück. Als unerwünschte kann die Bildung von Oxiden auftreten. Das Ziel der AAS-Messung besteht in der Erzeugung von Atomen in der Gasphase. Eine Störung tritt durch die Bildung von Molekülen, angeregten Molekülen, Ionen und Radikalen auf. Um Oxide zu vermeiden wird der Flamme Distickstoffmonoxid beigemischt (wirkt reduzierend).



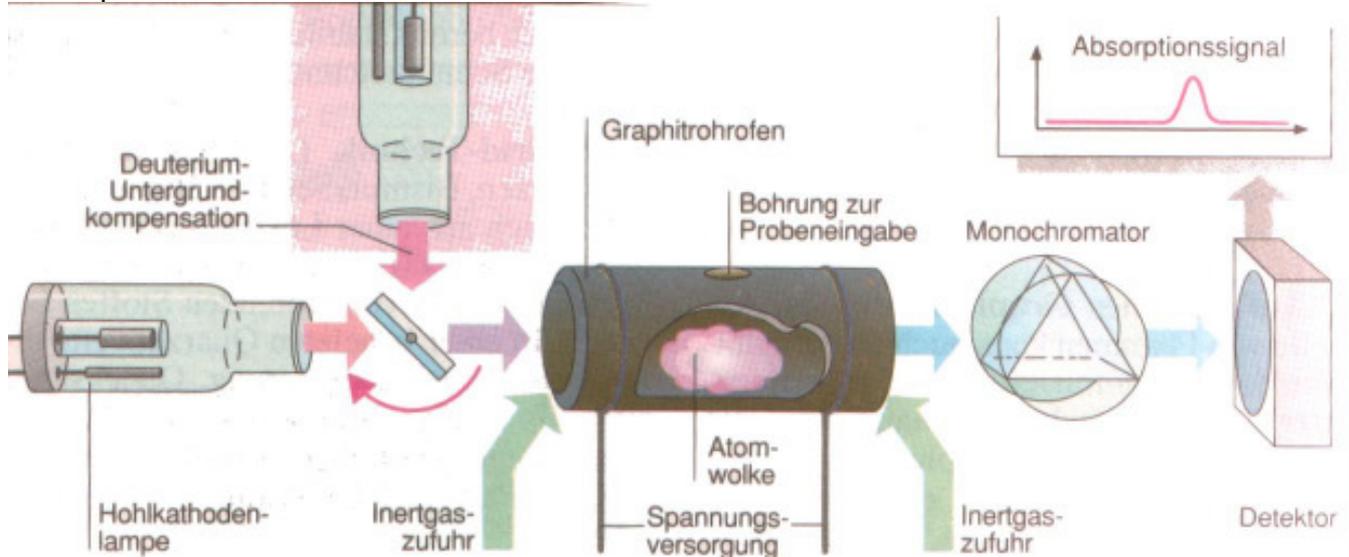
**B. Chemisch-physikalische Vorgänge bei der Flammentechnik**

## Aufbau eines AAS mit Graphitrofen:

Ein AAS – Gerät besteht aus einer HKL, einer Vorrichtung zur Untergrundkompensation, der Atomisierungseinheit und einer Spannungsversorgung (als Heizquelle), sowie dem Detektor.

**HKL:** Sie besteht aus einem mit Edelgas (Ne oder Ar) unter Druck von wenigen mbar gefüllten Glaszylinder mit eingeschmolzener Kathode und Anode. Die Kathode in Form eines Halbzylinders mit einem Glaskolben (als Schutz) besteht aus dem zu bestimmenden Element (Metall). Die Anode ist ein starker Draht aus Wolfram oder Nickel. Bei einigen hundert Volt erfolgt eine Glimmentladung, die zur Entstehung des Emissionsspektrums des betreffenden Elementes führt.

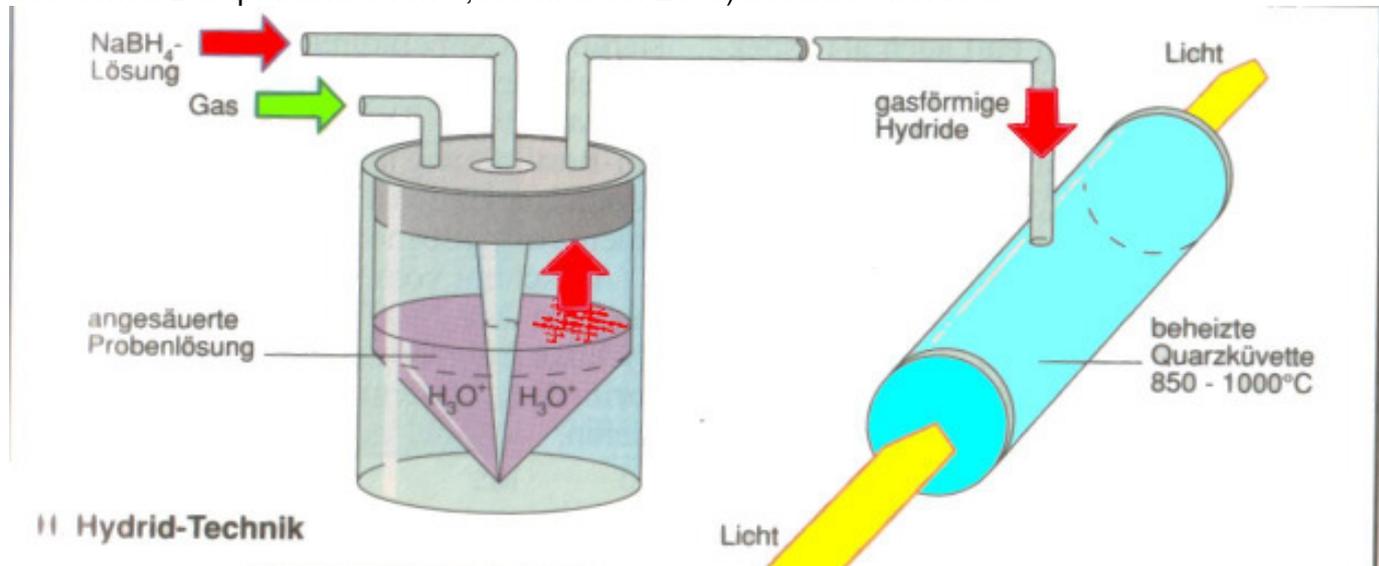
**Graphitofen :** Anstelle von Flammen kann man auch einen Graphitrofen zur Atomisierung der Probe einsetzen. Ein 28 mm langes Graphitrohr wird von 2 gekühlten Graphitkontakten gehalten, durch welche auch die Stromzufuhr erfolgt. Bei einer Spannung von 8 V und einer Stromstärke von 400 A lassen sich durch Widerstandheizung Temperaturen von 3000 K erreichen. Die Argon-Schutzgasatmosphäre verhindert ein verbrennen des Graphitrohrs. Das von der HKL eingestrahelte Licht wird durch ein Quarzfenster gestrahlt. Die Probelösung wird von oben in das Rohr dosiert. Die Probe wird zunächst vorgetrocknet und dann atomisiert. Auf diese Weise können störende Stoffe thermisch beseitigt und die Probe aufkonzentriert werden. Bei dem Graphitrohr mit L'vov- Plattform wird die Probe auf eine Plattform im Graphitrohr aufgebracht. Die Probe wird indirekt durch die Wandstrahlung aufgeheizt. Die Atomisierung erfolgt später und die gebildete Atmosphäre hat sich thermisch stabilisiert.



C. Aufbau eines AAS-Gerätes mit Graphitrofen

## Die Hydridtechnik

Die Elemente Antimon, Arsen, Bismut, Selen, Tellur und Zinn lassen sich aus einer Lösung nach Reduktion z.B. mit  $\text{NaBH}_4$  als Hydride verflüchtigen und damit von störenden Stoffen befreien. In einer beheizten Quarzküvette erfolgt dann die Atomisierung. Quecksilber kann als einziges Element in metallischer Form (wegen des hohen Dampfdruckes von 0,016 hPa bei 20 °C) bestimmt werden.



### Verhinderung von Störungen:

- Instrumentell durch Chopper (bei Flammenfärbung) und durch eine Deuteriumlampe. Die Deuteriumlampe ist ein Kontinuumstrahler. Beide Lichtquellen werden bei einer bestimmten Wellenlänge abgeschwächt. Aus der Abschwächung des Kontinuumstrahlers und der des Linienstrahlers (Abschwächung bei beiden gleich) erfolgt eine Korrektur.
- Chemisch durch Zusatz von Natrium Ionen, dadurch gehen leicht ionisierbare Elemente in ihre undissoziierte Form über. Dieser spektrochemische Puffer aus Natriumionen stört die Selektivität der Methode nicht.
- Störungen entstehen meist durch die Bildung von Oxiden oder Radikalen, sie können die Messung extrem stören und den eigentlichen Peak überlagern.