

HÁTTÉRMÉRÉS ÉS KORREKCIÓ A NAGYFELBONTÁSÚ FOLYTONOS FÉNYFORRÁSÚ ATOMABSORPCIÓS SPEKTROMETRIÁBAN – ÚJ ALKALMAZÁSI LEHETOSÉGEK

Bozsai Gábor¹, Nagy Dávid², Posta József²

¹ ny. okl. vegyész szakérto, 2635 Vámosmikola, Dózsa u. 7.

² Debreceni Egyetem, Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék
H-4032, Debrecen, Egyetem tér 1.

Levelezo szerzo e-mail címe: bganalytical@gmail.com

A nagyfelbontású folytonos fényforrású atomabszorpciós spektrometriás (továbbiakban HR CS AAS) módszerrol és alkalmazási lehetőségeirol az elmúlt években több ízben beszámoltunk a Magyar Spektrokémiai Vándorgyűléseken [1, 2, 3]. 2012-ben a HR CS láng AAS gyakorlati alkalmazásával kapcsolatos módszertani kutató-fejlesztő munka eredményeit mutattuk be. A vizsgálatok célja olyan, rutincélra is alkalmas gyors és érzékeny AAS módszer kidolgozása volt, amellyel teljesíthető az ivóvíz-minosítési szabályozásban [4] előírt 5 µg/L kimutatási határ az ivóvízminták Mn-tartalmának meghatározásánál, és egyidejűleg a Fe-tartalom szekvens meghatározását is lehetővé teszi. A vizsgálatok eredményeiről angol nyelvű közlemény is készült, amely az *Analytical Methods* c. tudományos folyóirathoz 2013-ban került közlésre benyújtva [5].

A levego-acetilén lánggal történő Fe-meghatározás körülményeinek mélyreható vizsgálata során derült fény egy olyan különleges jelenségre, amelynek a leírásával a szakirodalomban eddig még nem találkoztunk. Azt találtuk, hogy Fe_{248.33} nm-es vonalán az ún. „statikus” háttérkorrekciós módszer lényegesen jobb reprodukálhatóságú analitikai eredményt ad (RSD: ~ 4 %), mint ami az ún. „dinamikus” (automatikus) módszerrel érhető el (RSD: ~15 %). A Mn 279.48 nm-es vonalán ez a különbség nem jelentkezett. A jelenség oka alapvetően abban jelölhető meg, hogy a az Fe_{248.33} nm-es vonal kb. 30 nm-rel közelebb van a távoli UV tartomány felső határához (200 nm); így a lángban lévő szilárd részecskéken a fény szóródása, ezzel együtt az alapvonal ingadozása jelentősen nő. Az Fe_{248.33} nm-es vonalán kapott ún. „pillangó” formájú abszorbanca-pixel (2D) spektrum háttérkorrekciója csak az analitikai vonal közvetlen közelében – a vonal két oldalán kijelölt - egy-egy pixel segítségével végezhető el megfelelő pontossággal.

A fenti tapasztalatok indították el jelen előadás témaválasztását, melyben a HR-CS AAS-ben alkalmazott háttérmérési- és korrekciós módszerek elvi alapjait és módszertanát szeretnénk összefoglalni. Ehhez B.Welz és mts. alapvető tudományos összefoglaló munkáját vettük alapul [6].

Jól ismert, hogy a spektrumvonalak háttérének mérése és korrekciója alapvető fontosságú a spektrometriai módszerek alkalmazásánál. Eloszor röviden összefoglaljuk a vonalas fényforrású (LS) AAS háttérkorrekciós módszereit, azok legfontosabb ismérveivel, különös tekintettel az alkalmazási korlátokra (deutériumlámpás-; Zeeman- és Smith-Hieftje módszerek). Ezután a HR-CS AAS-ben alkalmazott háttérmérési és korrekciós módszerek elvi alapjait tárgyaljuk a folytonos háttér, a finomszerkezetű háttér és a közvetlen vonalátfedés korrekciós módszereinek bemutatásával. Kitérünk a „referencia nélküli” ill. a referencia-spektrumot használó háttérkorrekciós módszer, az ún. „IBC” (iterative baseline correction) technika, és a legkisebb négyzetek módszerét alkalmazó „spektrumkivonás” elvi alapjainak ismertetésére is. A „dinamikus” és a „statikus” háttérkorrekciós pixel-kiválasztás gyakorlatának ismertetésére – saját méréseink alapján - a Fe_{248.33} és Mn_{279.48} nm-es vonalának spektrumkörnyezetét mutatjuk be. Külön kitérünk a spektrumvonalak és sávok azonosítására szolgáló spektrumkönyvtár használatának ismertetésére is.

Az előadás során – többek között - bemutatjuk a teljes vér Ni-tartalmának grafitkemencés meghatározásánál fellépő spektrális Fe-zavarás kiküszöbölésének lehetőségeit [7] és a tengeri üledék Sb-tartalmának szilárd-mintás GF AAS meghatározásánál fellépő finomszerkezetű háttér kiküszöbölését [8] a HR-CS AAS pixel-háttérkorrekciós módszer alkalmazásával.

- [1] G. Bozsai, A. Liebmann, H. Gleisner, MKE 49.MSV kiadványa (2006, Miskolc) 109.o.
- [2] B. Özmen, G. Bozsai, MKE 53.MSV kiadványa (2010, Hajdusoboszló) 78.o
- [3] Bozsai G., Nagy D., Posta J. 55.MSV kiadványa (2012, Veszprém)
- [4] 201/2001. (X. 25.) Korm. rendelet, 3. sz.melléklet
- [5] G.Bozsai, D.Nagy, J.Posta: Rapid and sensitive method for the determination of Fe and Mn in drinking water using high resolution continuum source flame atomic absorption spectrometry.
/Közlésre benyújtva: Analytical Methods 2013 (UK)/
- [6] B.Welz, H. Becker-Ross, S.Florek, U.Heitmann: High Resolution Continuum Source AAS. Wiley-VCH. Weinheim, Germany 2005. p. 77-89.
- [7] Analytik jena Application Note HR-CS AAS. Determination of Cd, Pb and Ni in whole blood, serum and urine samples. CSAA-EA 02_08_e 06/2008/ Öz.
- [8] R.G.O. Araujo, B.Welz, F. Vignola, H.Becker-Ross: Correction of structured molecular background by means of high-resolution continuum source electrothermal atomic absorption spectrometry – Determination of antimony in sediment reference materials using solid sampling. Talanta, 80, (2006) 846-852