

Hidrogén-fluoridos feltárással elokészített üledékminták elemanalízise mikrohullámú plazmás atom emissziós spektrometriás (MP-AES) módszerrel.

Braun Mihály, Harangi Sándor, Hubay Katalin,

Debreceni Egyetem,, Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék,

Egyetem tér 1., 4032 Debrecen

E-mail: mihaly.braun@science.unideb.hu,

Tavak üledékéből származó fúrásanyagok elemanalízis eredményeit fel lehet használni régmúlt időszakok környezet- és klímaváltozásainak vizsgálatához, az emberi tevékenységek (bányászat, erdőirtás, földművelés, stb.) nyomainak kimutatásához. Ezekhez a vizsgálatokhoz jellemzően csekély 1-2 cm³ térfogatú üledékminta áll rendelkezésre, a minták száma viszont jellemzően nagy (100-1000 db), mivel a fúrásmagokból egymástól 1-2 cm-es távolságokban gyűjtik a részmintákat. Ezekhez a vizsgálatokhoz próbáltunk olyan egyszerű, gyors és olcsó analitikai eljárást kidolgozni, amivel az elemzéseket a viszonylag mostohává vált anyagi körülmények között is el tudjuk végezni.

A fúrásminták szervesanyag-tartalmát 550°C-on történő hamvasztással, a fellépő tömegcsökkenés alapján határozzák meg. A rendelkezésre álló modern feltáró berendezések, ill. az a tény, hogy bizonyos elemek (Cd, Hg, Pb, stb.) a hamvasztás során elillanhatnak, a hamvasztásos lépést tartalmazó minta-előkészítési eljárásokat a feledés homályába számúzták. Ha kicsit mélyebbre ásunk a vonatkozó irodalomban ('50-70-es évek), kiderül, hogy a keletkezett hamuból, ha a tégléket anyaguk szerint megfelelően választjuk meg és használat előtt gondosan elokészítjük (kiizzítás, mosogatás), akkor az Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Ti és Si analízise elvégezhető.

Tapasztalatunk alapján ~50 mg tömegű, finoman porított üledék, kőzet, ill. talaj minta hamvasztásából származó hamut 10 cm³ térfogatú, csavaros tetejű polipropilén edényekben 1 cm³ 37%-os sósav és 1 cm³ 38% hidrogén-fluorid elegyével, 105°C-on 2 óra alatt teljesen fel lehet oldani. Ezek az edények az ICP-OES készülékek mintatartóival azonos méretűek, normál (autoklávozható) műanyag kémcsotartóban tároljuk őket. A feltárást szárítószekrényben végezzük. Kihűlést követően az edényekbe 8 cm³ 4%-os bórsav oldatot

pipettázunk. A fő összetevők elemzéséhez az így kapott mintaoldatot hússzorosára hígítjuk 2-szer ioncserélt vízzel.

A módszer ellenőrzéséhez BCR 141 (meszes agyag), BCR 142 (homokos talaj), BCR 143 (szennyvíz iszap) és BCR 176 (szemétegető hamu) referencia mintákat tártunk fel.

Az elemvizisést mikrohullámú plazma atom emissziós spektrometriás (MP-AES) módszerrel végeztük. A vizsgálatokhoz Agilent gyártmányú MP-4100 készüléket használtunk. A plazmát nitrogén gázból hozzuk létre, amit nitrogén generátor állít elő. A 0,2 % bórsavat tartalmazó mátrixot a plazma meglehetősen jól tartja. A vizsgált elemek mindegyikét több elemző vonalon is mértük. A kalibrációhoz Merck gyártmányú ICP-OES standardoldatokat használtunk fel. Ugyan azonos mintaoldatok és ugyan azonos standard oldatok elemzését Thermo gyártmányú Iris Intrepid II XSP Duo induktív csatolású plazma atom emissziós spektrométerrel (ICP-OES) is elvégeztük.

Az MP-AES méréseket összehasonlítva az ICP-OES eredményekkel mindegyik vizsgált elem esetében igen jó egyezést tapasztaltunk. A CRM anyagokban mért koncentrációk a minták, ill. az vizsgált elemek többségénél jó egyezést mutattak a várt értékekkel.