

Thallium kräftig eingeeizt - Atomabsorptions-Spektrometrie

Shimadzu Europa GmbH, Duisburg, www.shimadzu.eu

Thallium zählt neben den ebenfalls giftigen Elementen Blei und Cadmium zur Gruppe der Schwermetalle. Es ist in der Natur weit verbreitet – etwa in kaliumhaltigen Tonen oder Böden. Industriell wird es zum Beispiel in optischen Gläsern für Faxgeräte oder Fotokopierer eingesetzt. In Lebensmitteln, im Trinkwasser und in der Luft kommt Thallium meist nur in sehr geringen Mengen vor. Erhöhte Gehalte werden vor allem in der Nähe von Zementwerken und Hüttenwerken gemessen.

Thallium ist sehr giftig. Mit der Nahrung aufgenommen, wird es schnell resorbiert und im Körper verteilt. Es wirkt als Zellgift und hemmt im Körper verschiedene Enzymsysteme. Schon 1,5 Milligramm Thallium pro Kilogramm Körpergewicht reichen aus, um Vergiftungssymptome auszulösen – Appetitlosigkeit, Übelkeit und Erbrechen, schwere Störungen des peripheren und zentralen Nervensystems bis hin zu Koma und Tod.

Keine Grenzwerte für Thallium

Der Mensch nimmt Thallium hauptsächlich über die Nahrung auf; besonders in Gemüse können relativ hohe Mengen nachgewiesen werden. Die durchschnittliche tägliche Thalliumaufnahme wird auf 2 bis 5 Mikrogramm pro Tag geschätzt. In natürlichen Mineralwässern wurden Thalliumgehalte von bis zu 15 Mikrogramm pro Liter nachgewiesen.

In der Europäischen Trinkwasserverordnung von 2006 gibt es keinen Grenzwert für Thallium. Die US EPA gibt in den Trinkwasserstandards einen Maximal-Wert von 2 µg/l an, bei einem Konsum von zwei Litern Wasser pro Tag.

Quantitative Bestimmung durch AAS

Für die quantitative Bestimmung von Thallium ist die Atomabsorptions-Spektrometrie hervorragend geeignet. Diese relative Methode der Quantifizierung basiert auf dem Zusammenhang der Elementkonzentration und der Absorption gemäß dem Lambert-Beerschen Gesetz. Prinzipiell wird für jedes zu bestimmende Element eine Kalibrationskurve im gewünschten Konzentrationsbereich erstellt und damit alle unbekanntenen Proben ausgewertet. Grundvoraussetzung für richtige Ergebnisse ist hierbei, dass Kalibrierstandards und Proben in Bezug auf Begleitelemente und Matrix die gleiche Zusammensetzung aufweisen. Das ist in der Routineanalytik nicht in jedem Fall gegeben und kann zu Problemen führen, etwa dann, wenn neben der Elementabsorption auch Untergrundabsorption der Matrix zum Signal beiträgt.

Hochstrompulstechnik kompensiert Interferenzen vollständig

Störungen wie Molekülabsorption, Strahlungsstreuung an Partikeln und spektrale Interferenzen durch Absorptionslinien-Überlagerung können mit leistungsfähigen Untergrundkompensationstechniken beseitigt werden. Zur vollständigen Kompensation aller in der Atomabsorptionsspektroskopie bekannten Interferenzen sowohl in der Flamme als auch in der elektrothermischen Atomisierung hat sich die Hochstrompulstechnik (High speed self reversal method) etabliert. Sie arbeitet gegenüber der weit verbreiteten Deuterium-Untergrundkompensation, die nur im Wellenlängenbereich bis etwa 420 nm eingesetzt werden kann, im gesamten Wellenlängenbereich von 185 bis 900 nm.

Die quantitative Bestimmung des Elements Thallium in Wasserproben wurde mit dem Shimadzu Atomabsorptions-Spektrometer AA-7000 (Abbildung 1) durchgeführt, das standardmäßig mit Deuterium- und Hochstrompulstechnik ausgestattet ist. Für die elektrothermische Atomisierung wurde der hochempfindliche Graphitrohrfurn GFA-7000 mit digitaler Steuerung eingesetzt. Für die experimentellen Untersuchungen wurden Standardlösungen, verdünnte Messlösungen sowie Referenzstandardlösungen verwendet.

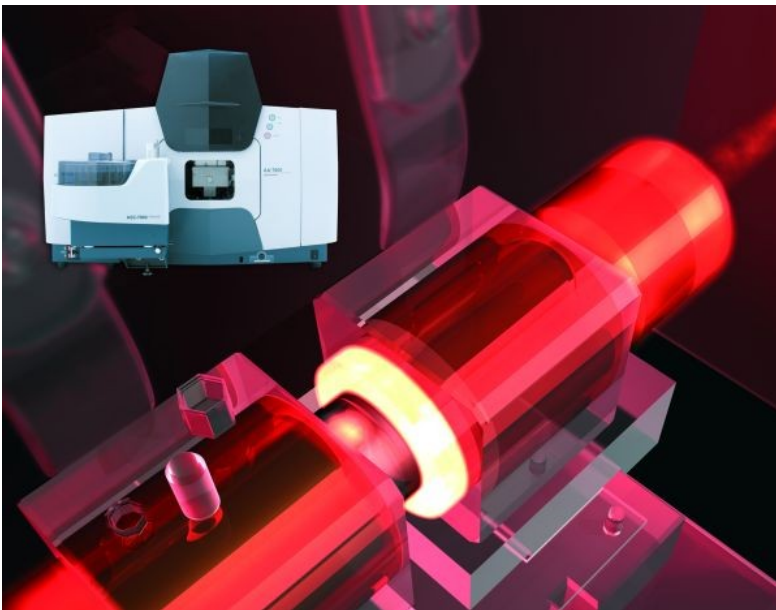


Abbildung 1: Vollautomatisches Atomabsorptions-Spektrometer AA-7000

Die Thallium-Bestimmung erfolgte im Konzentrationsbereich von 1 bis 10 µg/l mittels elektrothermischer Atomisierung im GFA-7000 in Anlehnung an die *DIN 38406-26:1997-07, Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Kationen (Gruppe E) – Teil 26: Bestimmung von Thallium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) im Graphitrohrfurn (E 26)*. Die Atomisierung erfolgte bei 2700 °C auf einem pyrolytisch beschichteten Graphitrohr mit Omega-Plattform unter Zugabe eines Rhodium-Modifiers.

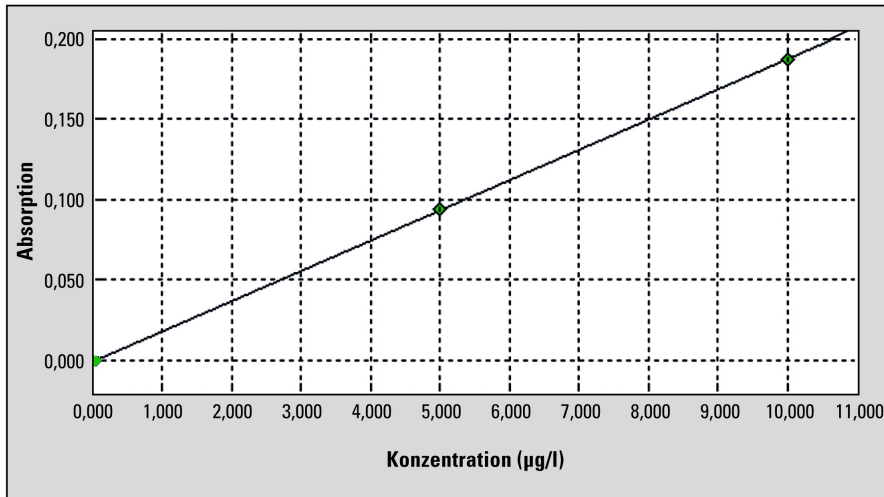


Abbildung 2: Thallium-Kalibrationskurve im Konzentrationsbereich bis 10 µg/l

Sichere Bestimmung toxischer Schwermetalle

Unter diesen Bedingungen lassen sich die Wasserproben störungsfrei analysieren. Bei Verwendung der Probenvorbereitungsstation ASC-7000 können 60 Proben in einem Analysengang vollautomatisch abgearbeitet werden. Die Qualitätssicherungskriterien der WizAArd Software erlauben die Verwendung von Laborkontrollproben und die automatische Berechnung der Wiederfindungsraten. Die Absorptionssignale sind in Abbildung 3 dargestellt und zeigen das Elementsignal in rot sowie das Untergrundsignal in blau. Das AA-7000, kombiniert mit dem GFA-7000, ist ein geeignetes Kontrollsystem, um toxische Schwermetalle wie Thallium in Trink- und Mineralwässern sicher zu bestimmen.

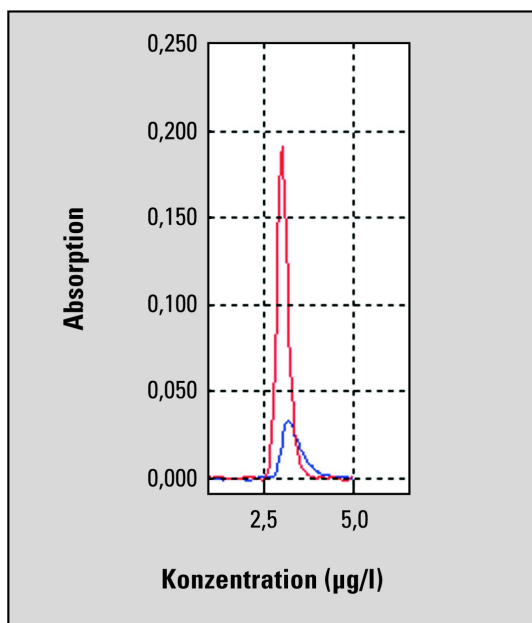


Abbildung 3: Peakprofil bei 2.700 °C Atomisierungstemperatur