

Photometrische Methoden 09:

UV/VIS Photometer, Atomabsorptionsspektrometrie

Grundlagen 1:

- Lichtmessung
- spezifische Lichtabsorption, Monochromasie
- Zusammenhang: Konzentration und Lichtschwächung
das Lambert- Beersche Gesetz

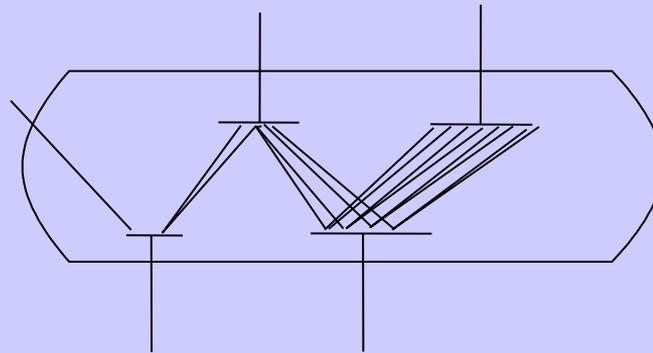
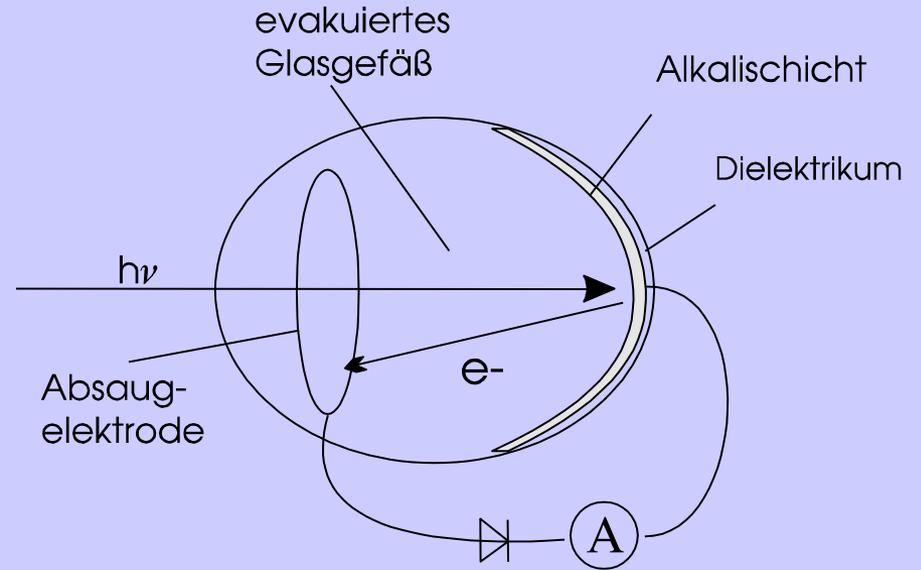
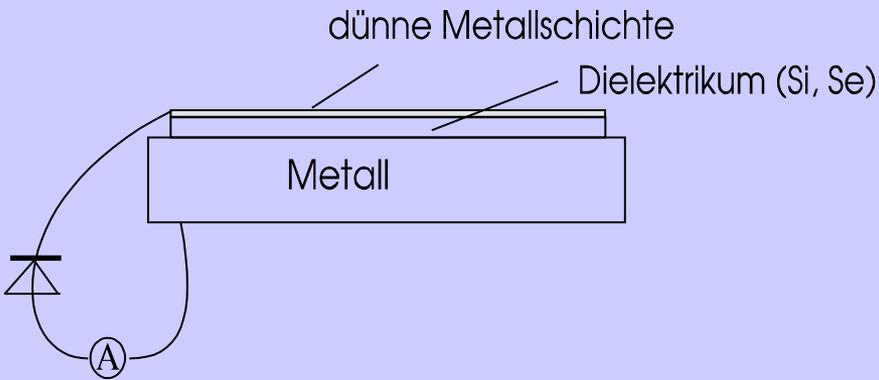
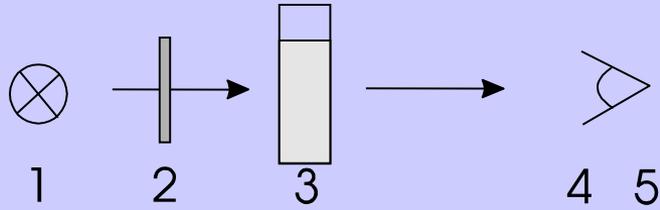
Grundlagen 2:

- Atomabsorption und Emission
- Thermische Dissoziation und Ionisation

Messpraxis:

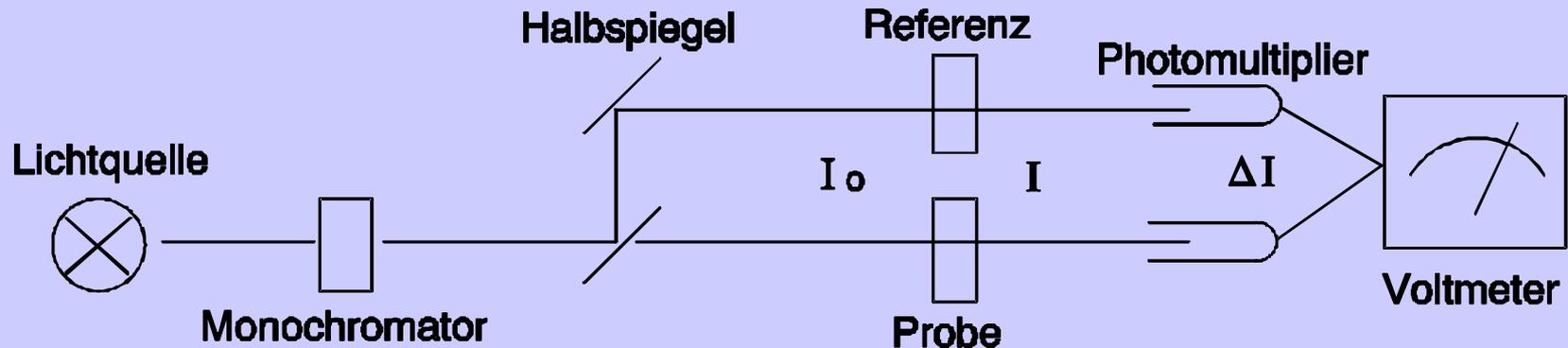
- Konzentrationsmessung (Mikroplatte), Kalibration
- Absorptionsspektrum (Diodenarray)
- AAS, Interferenzen bei der AAS

Lichtmessung



Sekundärelektronenvervielfacher - photomultiplier

Photometrie

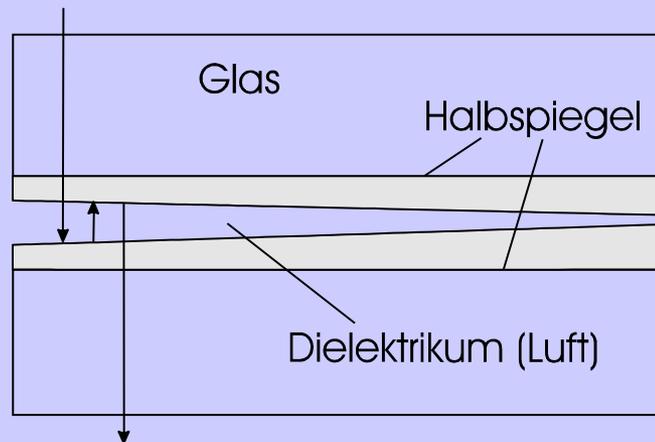
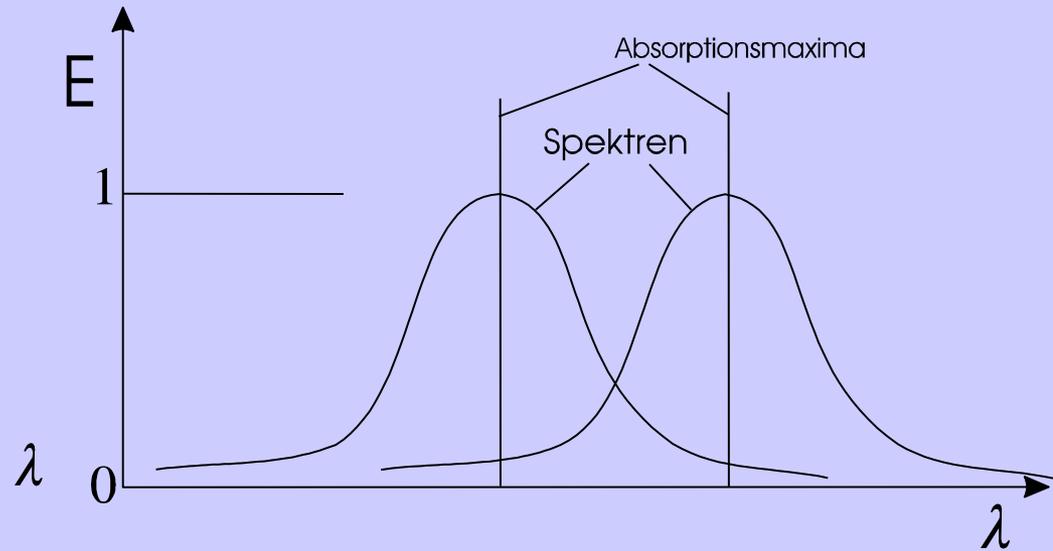
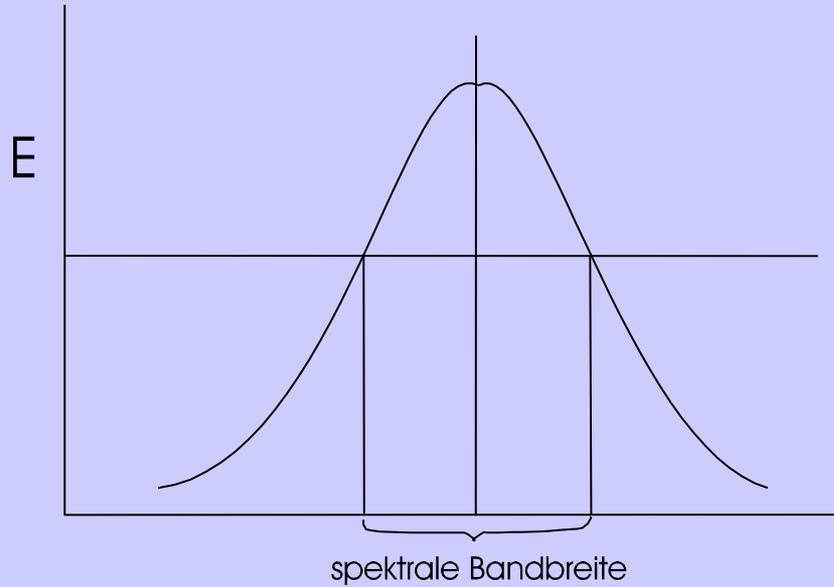


I, I_0 ... Intensität
T ... Transmission
E ... Extinktion
 ϵ ... molarer Extinktionskoeffizient
c ... Konzentration
d ... Schichtdicke

Lambert Beersches Gesetz

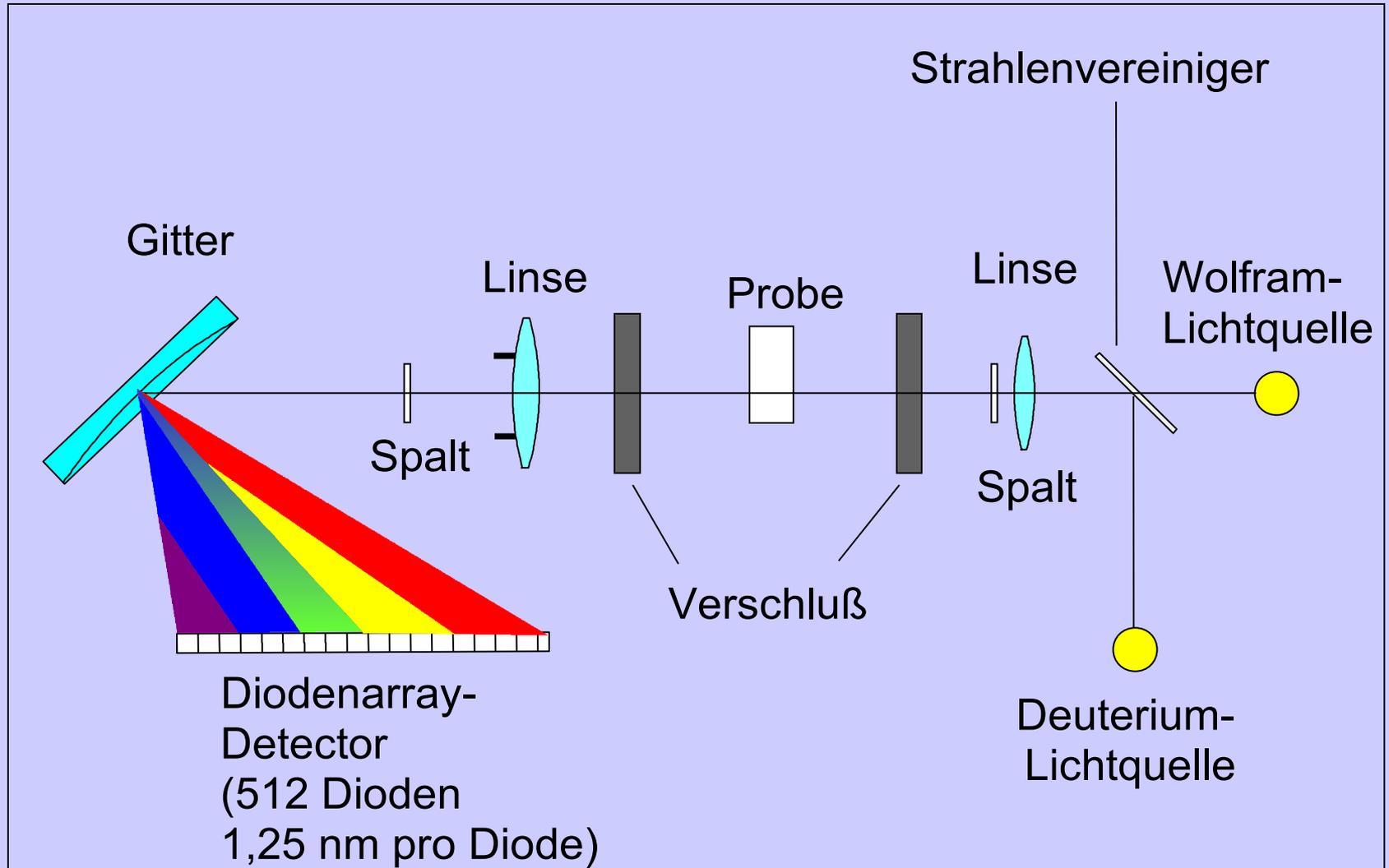
$$E = \epsilon_{\lambda} \times c \times d = -\log \left(\frac{I}{I_0} \right)$$

Monochromatisches Licht



Interferenzverlauffilter

DIODENARRAY- SPEKTRALPHOTOMETER



Mikroplattenphotometer

Reagenzienleerwerte

Vollproben
Blindproben

Kalibrationsreihen



Reines Lösungsmittel (A.demin.)

$V = \text{konstant!}$

Auswertung (Rechnung) über Kalibrationskurve

Position	Sample ID	Abs	Conc
A 1	Kalibrationspunkt 1	1	2
B 1	Kalibrationspunkt 2	2	3
C 1	Kalibrationspunkt 3	3	5
D 1	Kalibrationspunkt 4	4	7
E 1	Kalibrationspunkt 5	5	9
F 1			
G 1			
H 1			

$$y' = kx + d$$

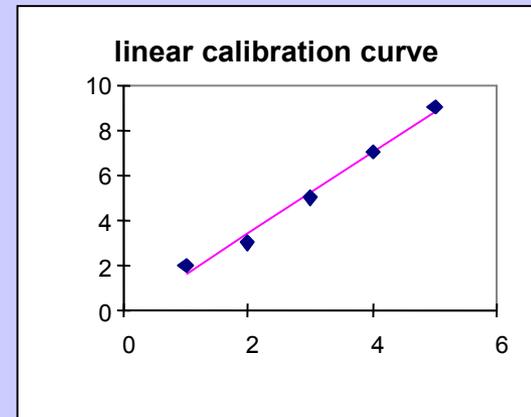
$$k = 1,80$$

$$d = -0,2$$

$$r = 0,9938837$$

Factor	Abs	Conc
1	1	1,6

Copy this formula to column D
to calculate the y' values!


 y'

1,6

3,4

5,2

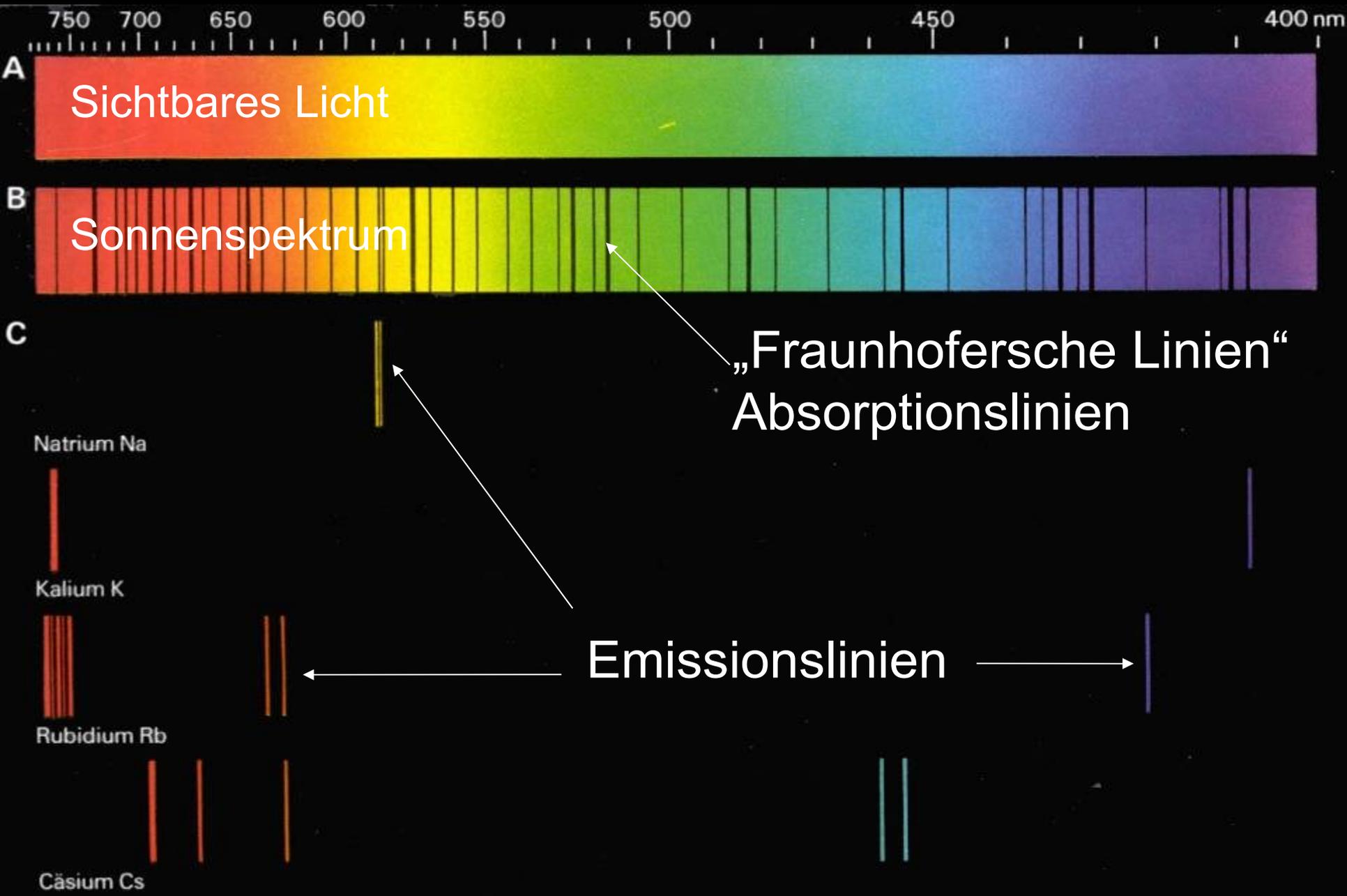
7

8,8

-0,2

-0,2

-0,2



Temperatur und Licht

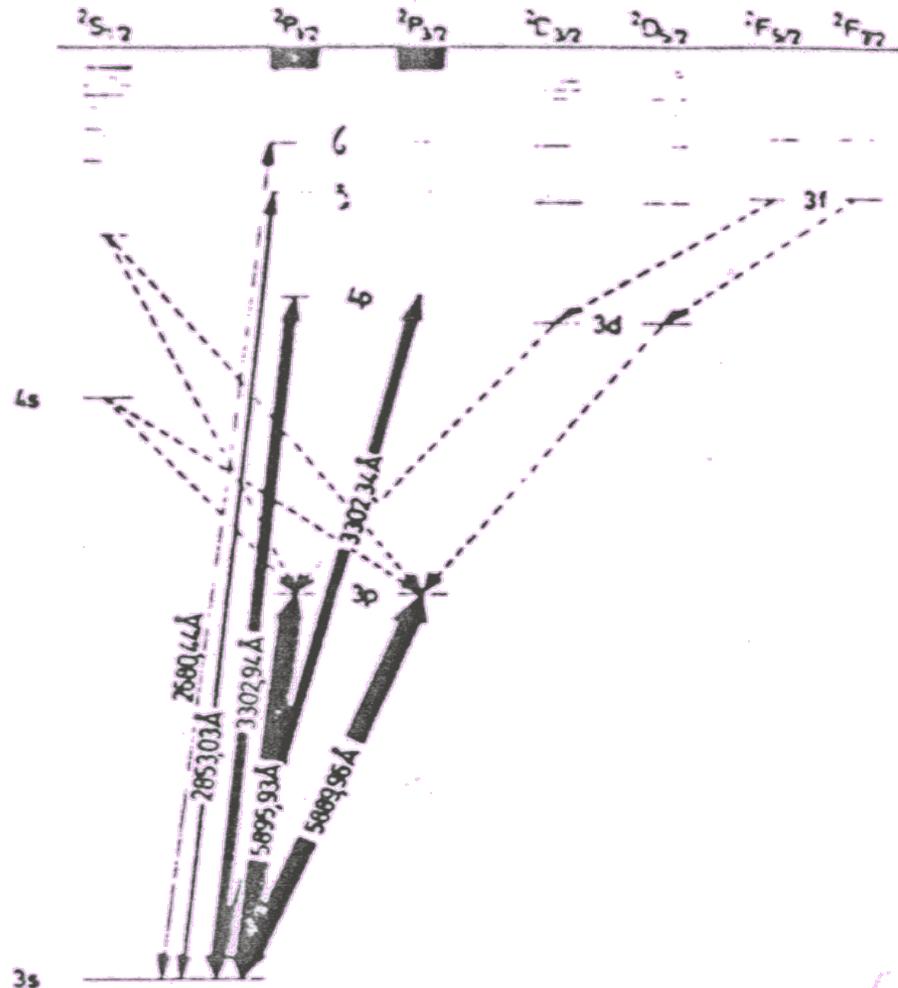
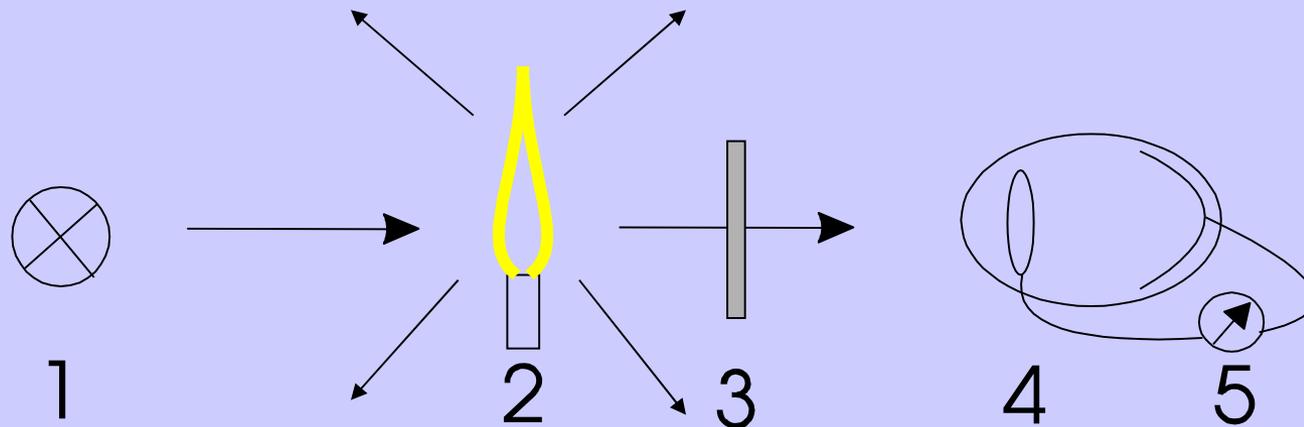


Abb. 3. Termschema des Natriums. - Die mit Doppelpfeilen versehenen, durchgezogenen Linien sind die ersten Übergänge der Hauptserie und treten in Absorption und Emission auf. Die gestrichelten Linien gehören zu den verschiedenen Nebenserien und treten unter den hier interessierenden Temperaturverhältnissen nur in Emission auf.

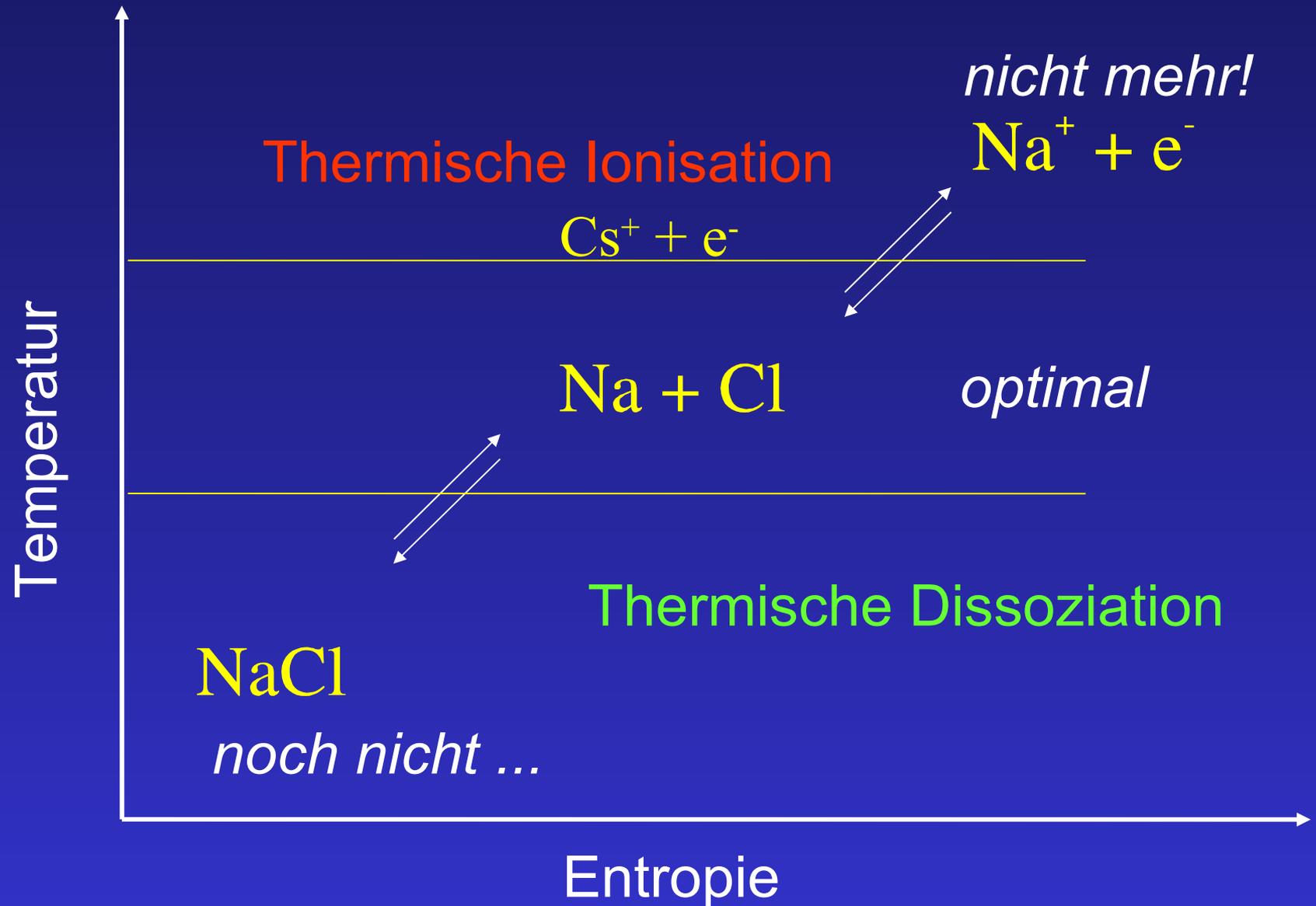
Flammenphotometrie, Atomabsorption



As 197,7	Cu 324,7	Sr 460,7	Li 670,8	Cs 852,1
-------------	-------------	-------------	-------------	-------------

UV		PHAR		IR
Fe 248,3	Ti 365,3	Na 589,6	K 766,5	

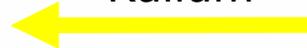
AAS - Meßbedingungen



Flammen, Gasgemische

Flamme	Temperatur	geeignet für
Propan/Luft	1930	A (Na, K) es sollen möglichst viele Atome im Grundzustand bleiben
Acetylen/Luft	2300	A (E)
Acetylen/N ₂ O	2700	A
H ₂ /O ₂	2660	E
Acetylen/O ₂	3100	E
(CN) ₂ /O ₂	4500	(E) schon zu starke thermische Ionisation

Kalium



Calcium

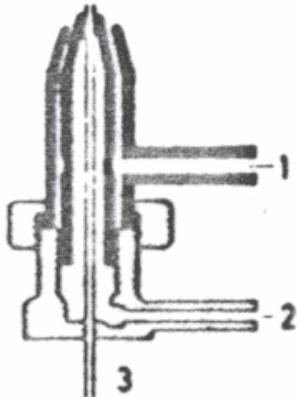


Abb. 15. Direktzerstäubender Turbulenzbrenner. – 1 Brenngaszufuhr, 2 Oxidanz-Zufuhr, 3 Ansaugkapillare für die Probenlösung.

Atomabsorption: Interferenzen

Art

Abhilfe

Chemische I.

Flammenwahl, Fällungen

Ionisations-I.

Strahlungspuffer (CsCl)

Spektrale I.

Andere Wellenlänge

Physikalische I.

Nullpunktgleich,
Matrix- abgleich (Viskosität !)
Additionsmethode - Spiken

AAS Verdünnungen

- 1: 20, 5 mL
 - 500 μ L CsCl (1%)
 - 250 μ L Probe
 - 5mL A.demin.
 - 5750 μ L/250 \rightarrow
 - V.Faktor: 1:23
- 1:200, 5 mL
 - 500 μ l CsCl (1%)
 - 25 μ L Probe
 - 5mL A.demin.
 - 5525 μ L/25 \rightarrow
 - V.Faktor: 1:221