

Optimierung der Trennung von Modellionen mittels CE-ICP-MS

M. Zeitz¹, H.P. Beck¹, T. Gottfreund¹, J.V. Kratz², B. Kuczewski², N. Trautmann², P. Weis¹

¹Institut für Anorganische und Analytische Chemie und Radiochemie, Universität Saarbrücken

²Institut für Kernchemie, Universität Mainz

Die CE-ICP-MS Kopplung stellt eine moderne und leistungsfähige Methode in der Analytik dar. Sie vereint die enorme Trennleistung der Kapillarelektrophorese mit den niedrigen Nachweisgrenzen der ICP-MS. Bei der hier verwendeten CE und dem Kopplungsstück handelt es sich um einen Selbstbau [1,2] und bei dem Vernebler um ein MCN 100 M2 Kit der Firma CETAC. Als ICP-MS wurde ein Gerät von Thermo Elemental mit der Bezeichnung PlasmaQuad 3 eingesetzt. Mit dieser Kombination sollten die optimalen Bedingungen zur Trennung und Detektion eines Kationengemisches ermittelt werden. Bei den Metallionen wurden Lanthan, Thorium und Uran als Modellionen für drei-, vier- und sechswertiges Plutonium verwendet. Weiterhin enthielt die Lösung Caesium als einwertiges Ion. Als Elektrolytssystem wurde 1 molare Essigsäure verwendet. Abbildung 1 zeigt das Elektropherogramm unter optimierten Bedingungen.

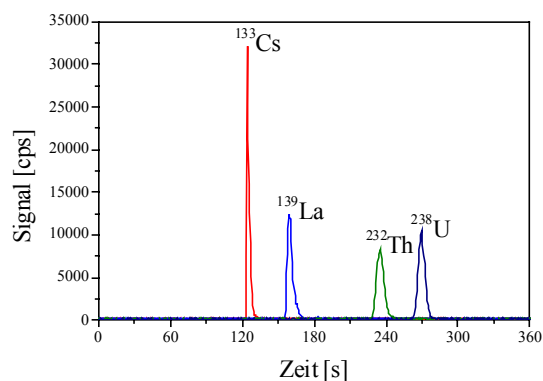


Abbildung 1: Trennung von Cs, La, Th und U mit CE-ICP-MS

Kapillare: fused silica, 50µm ID, 62,8 cm Länge;
Elektrolyt: 1 M Essigsäure, pH 2,46;
Aufgabe: 5 s, 100 mbar; Probevolumen: 22 nl;
Trennbedingungen: 30 kV, 12 µA, 100 mbar,
Vernebler: 3,85 bar, 0,99 l/min;
Konzentration der Analyten: 10 µM

Den größten Effekt auf die Güte der Trennung hatte die Geometrie der Sprühkammer. Eine kommerzielle "scott type double pass" Sprühkammer mit einem Volumen von 100 ml liefert dabei eine weitaus bessere chromatographische Auflösung als die Eigenkonstruktionen mit besonders kleinem Volumen von etwa 15 ml. Eine Trennungsspannung von 30 kV ermöglicht eine

schnelle und gute Trennung der Analyten. Eine schrittweise Verringerung der Trennungsspannung führt zu einer Verlängerung der Analysenzeit, ohne jedoch die Auflösung zu verbessern. Um die Analysedauer noch weiter zu verkürzen wurde während der gesamten Analyse ein Spüldruck von 100 mbar an die Kapillare angelegt. Dies führt zu einer Halbierung der Analysenzeit, ohne daß der Effekt der Bandenverbreiterung die Qualität der Trennung beeinflusst. Die niedrige Nachweisgrenze für Uran von 20 nmol/l bzw. 4,8 ppb (Abbildung 2) resultieren aus dem geringen Untergrundsignal der ICP-MS für dieses Element und der Tatsache, daß man die Kapillare mit relativ großen Mengen an Probevolumina beladen kann. Dieser Effekt sollte mit größerem Innendurchmesser der Kapillare noch zu verbessern sein.

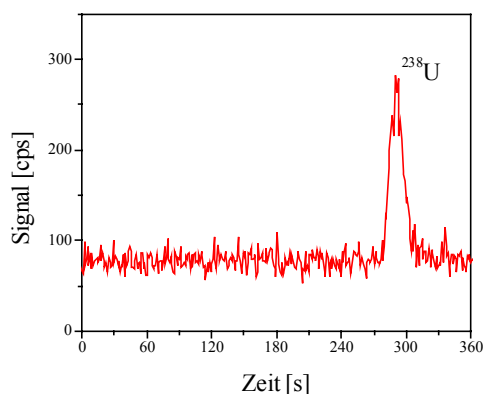


Abbildung 2: Nachweisgrenze von Uran für die CE-ICP-MS Kopplung

Kapillare: fused silica, 50µm ID, 62,8 cm Länge;
Elektrolyt: 1 M Essigsäure, pH 2,46;
Aufgabe: 25 s, 100 mbar; Probevolumen: 110 nl;
Trennbedingungen: 30 kV, 12 µA, 100 mbar,
Vernebler: 3,85 bar, 0,99 l/min;
Konzentration des Analyten: 20 nM Uran

Nach der erfolgreichen Optimierung der Trennung von Modellionen soll in zukünftigen Versuchen gezeigt werden, in wieweit die CE-ICP-MS Kopplung zur chemischen Speziation von Plutonium geeignet ist.

Literatur:

- [1] Kuczewski, B. et. al.; Institut für Kernchemie, Universität Mainz, Jahresbericht 2000, C3.
- [2] Prange, A.; Schaumlöffel, D.; Fresenius J. Anal. Chem., **364**, 452 (1999).