

# Verbesserungen der CE-ICP-MS und weitere Messungen zur Validierung

B. Kuczewski<sup>1</sup>, H. Geckeis<sup>2</sup>, J. V. Kratz<sup>1</sup>, C. M. Marquardt<sup>2</sup>, A. Seibert<sup>2</sup>, N. Trautmann<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut für Kernchemie, Universität Mainz

<sup>2</sup> Institut für Nukleare Entsorgung, Forschungszentrum Karlsruhe

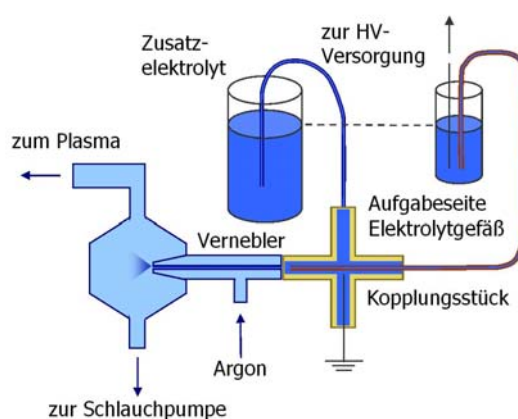
Der Einsatz der CE-ICP-MS zur Speziesanalytik [1,2] wurde hinsichtlich der Funktionalität und Zuverlässigkeit weiter untersucht.

Bei Messungen mit der CE-ICP-MS konnte mit zunehmender Anzahl von Versuchen beobachtet werden, daß der Rhodium-Marker, der als interner Standard verwendet wird, instabiler wurde. Eine mathematische Korrektur brachte nur teilweise eine Lösung für dieses Problem. Da beim verwendeten Vernebler eine Reinigung sehr schwierig ist, wurden andere Möglichkeiten geprüft. Eine Alternative zu dem bisher verwendeten mikrokonzentrischen Vernebler MCN 100 von CETAC stellt die Micromist Serie der Firma Glass Expansion dar [2]. Mit einer Probenaufnahme zwischen 50 und 400 µl/min bieten sie einen ähnlichen Arbeitsbereich wie der MCN 100.

Dieser neue Vernebler (Micromist AR-30-IFM020, 200 µl/min) wurde sowohl mit der "scott type double pass" Sprühkammer wie auch mit einer "Cinnebar cyclonic small volume" Sprühkammer getestet. Im Vergleich beider Sprühkammern konnte innerhalb der Fehlergrenze kein Unterschied bezüglich der Effizienz der Aerosolherstellung beobachtet werden. Bei den Verneblern liefert der Micromist Vernebler nur eine um den Faktor 2 geringere Zählrate für den Rhodium-Marker und die gemessenen Standardproben der CE. Seine Stabilität ist jedoch erheblich besser.

Durch die neue Sprühkammer wurde nun ein liegender Aufbau für die CE-ICP-MS-Kopplung notwendig. Eine Prinzipskizze dieses Aufbaus zeigt Abbildung 1.

Mit diesem neuen Aufbau wurden Messungen zur Bestimmung der Nachweisgrenze und Reproduzierbarkeit gemacht. Dazu wurde eine Probe, die verschiedene Oxidationsstufen des Plutoniums enthielt (Pu(III), Pu(IV) und Pu(V)), fünfmal gemessen. Die Ergebnisse dieser Mes-



**Abbildung 1:** Prinzipskizze des neuen CE-ICP-MS Aufbaus mit Mikromist Vernebler und Zyklonsprühkammer

sungen sind in Tabelle 1 zusammengefaßt. Die damit erzielten Werte für die Reproduzierbarkeit liegen für die Peakflächen bei weniger als 5 % relativer Standardabweichung. Für die Nachweisgrenze konnte mit diesem Aufbau ein Wert von 50 ppb je Plutonium-Spezies erreicht werden. Insgesamt zeigt sich, daß das Verfahren verläßliche Daten liefert und zuverlässiger arbeitet als vorher.

**Tabelle 1:** Reproduzierbarkeit der Trennung der Oxidationsstufen des Plutoniums

Standard-abweichung in [%]	Pu(III)	Pu(IV) + unbek. Spezies	Pu(V)
Rel. Anteil	31,34	60,27	8,40
Laufzeit	0,22	0,58	0,54
Peakhöhe	4,87	2,30	8,94
Peakfläche	4,07	4,50	4,74

## Literatur:

- [1] M. Zeitz et al.; Institut für Kernchemie, Universität Mainz, Jahresbericht 2001, C3.  
 [2] B. Kuczewski et al.; Institut für Kernchemie, Universität Mainz, Jahresbericht 2001, C4.  
 [3] Day, J. A.; Caruso, J. A.; Becker, S. J.; Dietze, H.-J. *J. Anal. At. Spectrom.*, 2000, 15, 1343-1348.