

## AES und AAS

### Theorie

Die Atomemissionspektroskopie (AES) und die Atomabsorptionsspektroskopie (AAS) sind Methoden der quantitativen Analyse.

Bei der AES erfolgt eine thermische Atomanregung; die aus dem Grundzustand in einen energiereicheren Anregungszustand gehobenen Elektronen springen nach einer Verweilzeit von ca.  $10^{-8}$  s über energieärmere Zustände in den Grundzustand zurück. Die dabei emittierte Strahlung wird im Spektrometer über eine optische Anordnung registriert.

Das Verhältnis der Anzahl der Atome  $N_j$ , die sich in irgendeinem Zustand  $j$  befinden, zu der Anzahl der Atome im Grundzustand  $N_0$  ist für nicht zu kleine Temperaturen nach Boltzmann gegeben durch

$$\frac{N_j}{N_0} = \frac{g_j}{g_0} \cdot \exp\left(-\frac{E_j}{k \cdot T}\right),$$

wobei  $g_j$  und  $g_0$  die statistischen Gewichte des angeregten und des Grundzustandes,  $E_j$  die Anregungsenergie,  $k$  die Boltzmannkonstante und  $T$  die Absolute Temperatur sind. Bei den üblicherweise verwendeten Temperaturen befindet sich die überwiegende Mehrzahl der Atome im Grundzustand und es können somit nur die Übergänge aus dem bzw. in den Grundzustand auftreten.

Bei der AAS erfolgt die Atomanregung durch Lichtabsorption, wobei angenommen wird, dass die Anzahl der Atome im Grundzustand in erster Näherung identisch ist mit der Anzahl an freien Atomen. Die pro Zeit und Volumeneinheit von den freien Atomen absorbierte Energie  $E_{\text{abs.}}$  ist mit dem Einstein'schen Wahrscheinlichkeitskoeffizient  $B_j$  proportional der Anzahl der freien Atome pro Volumeneinheit im Grundzustand  $N$ , der Energie eines Lichtquants  $E = h \cdot \nu_j$  und der spektralen Bestrahlungsstärke  $S_\nu$  bei der Resonanzfrequenz  $\nu_j$ :

$$E_{\text{abs.}} = B_j \cdot S_\nu \cdot N \cdot h \cdot \nu_j.$$

Bei optimaler Wahl der Flammentemperatur, der Strahlungsweglänge, der Konzentration, der Resonanzfrequenz und bei konstanter Bestrahlungsstärke besteht gemäß dem Lambert-Beer'schen Gesetz eine lineare Beziehung zwischen der Konzentration an freien Atomen und deren Extinktion.

## Versuch

Ziel des Versuches war die Bestimmung des Natriumgehaltes in Mineralwasser und Leitungswasser mittels AES, sowie die Bestimmung des Magnesiumgehaltes in Erde, die zuvor aufgeschlossen werden musste, mittels AAS. Alle Messungen erfolgten mit einem Atomemissions-/Atomabsorptionsspektrometer, begonnen wurde mit der AES.

Zuerst wurde jeweils eine Verdünnungsreihe gemäß nachfolgender Tabelle angesetzt und die dazugehörige Extinktion gemessen, die Werte wurden in ein Eichdiagramm aufgetragen:

<u>Nummer</u>	<u><math>c(\text{Na}^+)/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}</math></u>	<u><math>E</math></u>	<u><math>c(\text{Mg}^{2+})/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}</math></u>	<u><math>E</math></u>
1	2	0,058	0,4	0,048
2	3	0,073	0,5	0,060
3	4	0,082	0,6	0,084
4	5	0,093	0,7	0,104
5	6	0,102	0,8	0,116
6	7	0,108	0,9	0,130
7	9	0,119	1,0	0,154
8	10	0,122	–	–
9	11	0,127	–	–
10	12	0,133	–	–
11	14	0,141	–	–
12	16	0,151	–	–
13	18	0,159	–	–

Hernach wurde das Mineralwasser, auf 10 % verdünnt, und das Leitungswasser gemessen. Der jeweilige Natriumgehalt kann im Eichdiagramm abgelesen werden:

<u>Probe</u>	<u><math>E</math></u>	<u><math>c(\text{Na}^+)/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}</math></u>
Mineralwasser 10 %	0,135	125
Leitungswasser	0,111	7,3

Dreimal 300 mg Erde wurden jeweils in einer Bombe drei Stunden mit konzentrierter Salpetersäure bei 170 °C aufgeschlossen, der jeweilige Natriumgehalt kann im Eichdiagramm abgelesen werden:

<u>Probe</u>	<u><math>E</math></u>	<u><math>c(\text{Mg}^{2+})/\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}</math></u>
1	0,069	12,0
2	0,076	12,4
3	0,074	12,7

Der Mittelwert des Magnesiumgehaltes beträgt  $12,4 \pm 0,4 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  Erde, da die Erde nicht homogen ist, erscheint die Abweichung von 3 % vom Mittelwert als relativ gering.