

**AUSARBEITUNG  
EINER ANALYSENMETHODE  
FÜR DIE BESTIMMUNG VON  
PLATIN UND PALLADIUM  
IN LUFTGRETRAGENEM  
STAUB UND  
REGENWASSER**

**ANDREAS LIMBECK; JOSEF RENDL; HANS PUXBAUM**  
*INSTITUT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE-TU WIEN*

**TUV** TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN  
**IAC** INSTITUT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE  
**LEA** ABTEILUNG FÜR UMWELTANALYTIK

Bericht für das Projekt Nr. MA 22-6965/2000 der MA 22-Umweltschutz

#### 4) Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es ein Verfahren für die Analyse von Palladium und Platin im Luftstaub und Regenwasser auszuarbeiten. Dies wurde durch die Kombination einer neu entwickelten Technik für die Aufarbeitung von mit Filtern gesammelten Aerosolproben und einem selektivem FI-Anreicherungsverfahren mit anschließender GF-AAS Bestimmung bewerkstelligt.

Die ausgearbeitete Aufschlußtechnik erlaubt es, Edelmetalle welche nur in konzentrierten Säuren löslich sind, in einem kleineren Volumen aufzulösen als bei der konventionellen Elutions-Technik von Filtern, wodurch eine konzentriertere Probelösung zugänglich ist. Zusätzlich kann durch das neue Aufschlußverfahren der gesamte organische Anteil der Probenmatrix, sowie alle leicht flüchtigen anorganischen Bestandteile abgetrennt werden. Dadurch können mögliche Interferenzen bei der anschließenden Bestimmung mit dem FI-Verfahren automatisch vermieden werden. Möglich werden diese Vorteile durch die Verwendung von organischen Filtermaterialien wie Cellulosenitrat oder Polycarbonat als Sammelmedium für die Aerosolproben. Im Detail erfolgt die Aufarbeitung durch vollständige Oxidation der Filter in einer Teflonbombe mit konzentrierter Salpetersäure bei einer Temperatur von 180°C. Sämtliches organisches Material (also der Filter selbst, sowie bei Realproben etwaige Matrixbestandteile) kann auf diesem Wege von dem anorganischen Teil der Probe getrennt werden. Die weiteren Schritte sorgen für einen vollständigen Aufschluß der Edelmetalle sowie für die Einstellung der optimalen Säurekonzentration für das FI-Verfahren. Für die Aufarbeitung von Regenproben ist hingegen lediglich das Einstellen der richtigen Säurekonzentration notwendig.

Weiters wurde im Rahmen dieser Arbeit ein FI-Festphasenextraktionsverfahren entwickelt, welches die automatische Anreicherung von Palladium über die Bildung eines Metallkomplexes mit Pyrrolidino-dithiocarbamat ermöglicht. Mittels manueller Vorversuche wurde gezeigt, daß über denselben Mechanismus auch die Anreicherung von Platin möglich ist. Weiters wurde eine geeignete Kopplung des FI-Systems mit der GF-AAS hergestellt, welche die Voraussetzung für eine direkte Injektion des Eluats vom FI-System in das Graphitrohr schafft. Durch Optimierung der einzelnen Abläufe von der Probenaufgabe über den Waschvorgang bis zur Elution konnte eine hohe Präzision bei einer für Analysen im Ultraspurenbereich ausreichenden Reproduzierbarkeit erzielt werden. Mit dem optimierten Verfahren konnten unter Verwendung eines Probenvolumens von 1200 µL eine Anreicherung um den Faktor 29 erreicht werden, dabei konnte eine Verbesserung der Nachweisgrenze gegenüber der konventionellen GF-AAS von 1,7 auf 0,14 ppb bzw. der Erfassungsgrenze von 2,4 auf 0,18 ppb erreicht werden. Bei der Analyse von Realproben sollte die Probenmatrix keinen Einfluß auf die Nachweisgrenze des FI-Verfahrens haben, denn über das Aufschlußverfahren kann bereits ein Großteil abgetrennt werden, durch den selektiven Anreicherungsprozeß ist es möglich die restlichen Matrixbestandteile abzutrennen, wodurch auch bei Realproben eine praktisch störungsfreie Analyse ermöglicht wird. Im Gegensatz dazu wird es bei der Analyse von Realproben zwangsweise zu einer Verschlechterung der Nachweisgrenze kommen, obwohl die konventionelle GF-AAS Bestimmung mit der Zeman-Korrektur arbeitet.

Verwendet man für die Aerosol-Probenahme von Tagesproben zwei gewöhnliche, parallel geschaltete Membranpumpen mit einem Durchsatz von etwa 60 Liter pro Minute, so ist mit dem beschriebenen Verfahren (Aufschluß plus FI-Anreicherung und GF-AAS Bestimmung) eine Bestimmung von Konzentrationen bis zu 5 pg Palladium pro Nm<sup>3</sup> möglich. Wird für die Probenahme hingegen ein High-Volume Sampler mit einem Durchsatz von 500 Liter pro

Minute eingesetzt, so ist eine weitere Verbesserung der Bestimmungsgrenze möglich, allerdings muß dann der Anschluß mit für diese Filter geeigneten Teflonbomben durchgeführt werden.

Für eine weitere Verbesserung des FI-Verfahrens wäre der Einbau einer Injektionschleife von Vorteil, um Verluste bei der Probenaufnahme zu vermeiden, dafür wäre es aber notwendig ein weiteres Ventil in das System einzubauen. Die Verwendung eines anderen Komplexbildners auf der Basis von Benzoyl-thioharnstoff verspricht eine weitere Verbesserung der Sensitivität und Selektivität des Verfahrens, wodurch die Nachweis- bzw. Erfassungsgrenzen zusätzlich verbessert werden könnten.