**Zeitschrift:** Jahrbuch der Schweizerischen Naturforschenden Gesellschaft.

Wissenschaftlicher und administrativer Teil = Annuaire de la Société Helvétique des Sciences Naturelles. Partie scientifique et administrative

Herausgeber: Schweizerische Naturforschende Gesellschaft

**Band:** 160 (1980)

Artikel: Matrixeffekte und Matrixmodifikation in der Graphitrohr-

Atomabsorptionsspektrometrie bei der Ultraspurenelementanalyse in

biologischen Proben

**Autor:** Knutti, Rudolf

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-90794

## Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

## **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

## Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

**Download PDF:** 01.12.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

## Matrixeffekte und Matrixmodifikation in der Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie bei der Ultraspurenelementanalyse in biologischen Proben

Rudolf Knutti

Mit der Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie können etwa 30 Elemente in biologischen Proben noch im tiefen ppb-Bereich quantitativ bestimmt werden. Dank der hohen Selektivität der Atomabsorption genügt im allgemeinen eine minimale Probenvorbereitung, was neben Arbeitsersparnis auch eine stark verringerte Kontaminationsgefahr bedeutet. Die grössten messtechnischen Probleme werden durch Matrixeffekte verursacht. Diese können aber durch geeignete Wahl der Veraschungs- und Atomisierungsbedingungen und vor allem durch die Anwendung chemischer Matrixmodifikationsmethoden beherrscht werden.

Urin stellt eine der unangenehmsten Probenmatrices für die Graphitrohr-AAS dar. Verschiedene störende Substanzen können bei Spontan-Urinproben in sehr unterschiedlichen Konzentrationen vorhanden sein und die Gesamtkonzentration aller gelösten Substanzen kann um etwa eine Zehnerpotenz schwanken. Abb. la zeigt neben den Peaks für eine wässrige Standardlösung mit 50 ppb Blei die Blei-Absorptionssignale von 5 verschiedenen, unverdünnten Urinproben, die durch Zusatz von Blei alle auf eine Konzentration von 50 ppb gebracht worden sind. Keine der 5 Urinproben zeigt ein auswertbares Absorptionssignal für Blei. In Abb. lb sind die simultan aufgezeichneten unspezifischen Störsignale wiedergegeben, die mit Ausnahme der Urinprobe Nr.3 und der wässrigen Standardlösung etwa dreimal so hoch sind wie das erwartete Signal für die Bleiabsorption. Der Vergleich der elementspezifischen und der unspezifischen Absorptionssignale zeigt aber, dass die Ursache für das Verschwinden des Meßsignales nicht eine ungenügende instrumentelle Kompensation des unspezifischen Störsignales sein kann. Die Urinmatrix bewirkt offenbar, dass unter den für eine wässerige Standardlösung optimalen Messbedingungen keine Bleiabsorption zustande kommt. Da bekannt ist, dass in stark Natriumchlorid haltigen Analysenproben die Blei-Absorption unterdrückt wird, lag es nahe, auch im Falle der Urinproben, diese Spur zu verfolgen. Durch Zugabe von Ammoniumphosphat zu den unverdünnten Urinproben kann der Störeffekt weitgehend behoben werden. Der Zusatz von Ammoniumphosphat hat zwei Effekte. Einerseits wird das in der Probe enthaltene Blei thermisch stabilisiert und andererseits

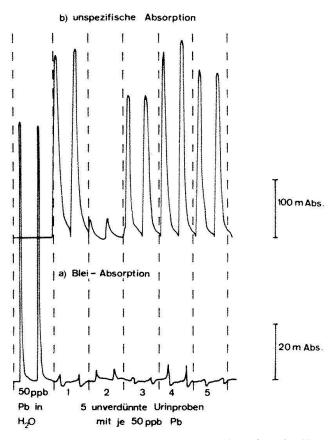


Abb. 1. Absorptionssignale einer wässerigen Standardlösung mit 50 ppb Pb und 5 verschiedener unverdünnter Urinproben Nr. 1-5, alle mit 50 ppb Blei. a) Elementspezifisches Meßsignal, b) sogenannt unspezifisches Störsignal, das durch die im Atomabsorptionsspektrometer eingebaute Deuterium-Untergrundkompensation eliminiert wird.

können die störenden Chloridionen während der Veraschung als leicht flüchtige Ammoniumchloridmolekeln aus der Matraix abgeraucht werden. Wegen der sehr unterschiedlichen Salzkonzentration von Spontanurinproben ist eine individuelle Dosierung des Ammoniumphosphatzusatzes notwendig. Als leicht zugängliche Hilfsgrössen für die Do-

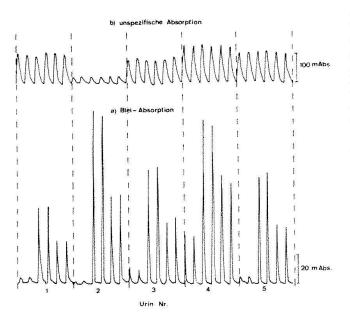


Abb. 2. Optimierte Bestimmung von Blei in den Urinproben 1-5 mittels Standardadditionseichung. Probenvorbereitung: Zugabe von 50 μl Standardlösung mit 0, 1000 und 500 ppb Pb und 0.6 · [mMol/L Na+K] μl 5% NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>NO<sub>3</sub> zu 500 μl unverdünntem Urin. Die Urinproben enthalten folgende Konzentrationen: Nr.1 13 ppb, Nr.2 7 ppb, Nr.3 20 ppb, Nr.4 45 ppb, Nr.5 9 ppb Blei.

sierung der Matrixmodifikationslösung eignen sich dabei

- die Gesamtkonzentration von Natrium und Kalium,
- die Chloridkonzentration,
- der als Bezugsgrösse bei der Analyse von Spontan-Urinproben häufig bestimmte Kreatiningehalt,
- sowie das unspezifische Störsignal der unveränderten Urinprobe.

Dass die individuell dosierte Zugabe von Ammoniumphosphat eine Methode ist, die sich im automatisierten analytischen Routinebetrieb gut einsetzen lässt, belegt Abb. 2. Zur Messung gelangten nochmals die 5 gleichen Urinproben, diesmal jedoch mit dem ursprünglichen Bleigehalt. Den unverdünneine 5%-ige Urinproben wurde ten NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>-Lösung in Mengen proportional (Na + K)-Gehalt zugesetzt. Eichung wurde wie in der Graphitrohr-AAS üblich die Standardadditionsmethode verwendet. Während die Empfindlichkeit zwischen den 5 Proben bezogen auf die Peakhöhe noch um 30% variiert, ist sie gemessen an der Peakfläche mit einem Variationskoeffizienten von 8% recht konstant.

Adresse des Autors:

Rudolf Knutti Institut für Toxikologie der ETH und Universität Zürich CH-8603 Schwerzenbach