

TRACE ANALYSIS OF METALS

Alena MANOVÁ - Ernest BEINROHR

STOPOVÁ ANALÝZA KOVOV



ENVIRONMENTAL POLICY TOOLS '2018

ABSTRACT

Trace concentrations of metals are usually determined by atomic spectrometry, mostly by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GF AAS) and mass spectrometry with inductively coupled plasma ionisation (ICP MS). The superior selectivity, sensitivity and broad availability of the AAS method makes it usually the choice No 1 when seeking for a method for trace concentrations. Electrochemical methods also facilitate trace analysis of metals but cannot compete spectrometric methods owing to lower selectivity, limited number of metals measured, laborious and tedious procedures. Yet, in some cases electrochemical methods may reasonably complement or even exceed AAS:

- analysis of samples with high salt contents for easily evaporating elements such as Hg, Cd, Pb, etc.,
- determination of some semimetals such as As, Se, Sb,
- speciation analysis, e.g. As(III)/As(V), Cr(III)/Cr(VI),
- on-line process analysis where atomic spectrometers could hardly be employed.

Moreover, electrochemical sample pre-treatment can significantly improve the performance of AAS in special instances:

- hydride forming elements can electrochemically be converted to the corresponding hydrides and measured by AAS,
- metals and semimetals can be electrochemically preconcentrated on large surface electrodes and on stripping measured by GF AAS. In such a way matrix effects can be minimised and detection limits improved.

The purposes of the methods for metal preconcentration are often different, depending on whether the methods are applied in environmental or another field. The respective method needs to be efficient, give high sensitivity and selectivity, which is useful when used in combination with atomic spectrometry techniques.

Preconcentration procedures are considerable tools in analytical processes, since their applications guarantee trace metal analyses in complex matrices and improve the performance of the analytical techniques. Moreover, the preconcentration procedures exploiting the clean chemistry concept and the reduction of samples/reagents consumption are extensively used. In this contribution the brief descriptions of the methods for preconcentration procedures related to electrochemical deposition are discussed, as well as some applications are presented.

KEY WORDS: *trace analysis, AAS, metals*



ABSTRAKT

Stopové koncentrácie kovov sa zvyčajne určujú atómovou spektrometriou, väčšinou atómovou absorpčnou spektrometriou z grafitovej pece (GF AAS) a hmotnostnou spektrometriou s indukčne viazanou plazmovou ionizáciou (ICP MS). Vyššia selektivita, citlivosť a široká dostupnosť metódy AAS zvyčajne robia možnosť číslo jedna pri hľadaní metódy na zisťovanie stopových koncentrácií kovov. Elektrochemické metódy tiež uľahčujú stopovú analýzu kovov, ale nemôžu konkurovať spektrometrickým metódam v dôsledku nižšej selektivity, obmedzeného počtu meraných kovov, namáhavých a nudných postupov. Napriek tomu v niektorých prípadoch môžu elektrochemické metódy primerane doplniť alebo dokonca prekročiť AAS:

- analýza vzoriek s vysokým obsahom soli pre ľahko prchavé prvky ako Hg, Cd, Pb atď.
- stanovenie niektorých polokovov, ako sú As, Se, Sb,
- speciačná analýza, napr. As (III) / As (V), Cr (III) / Cr (VI),
- on-line procesná analýza, pri ktorej by bolo ľažko možné použiť atómové spektrometre.

Navyše predbežné spracovanie elektrochemických vzoriek môže významne zlepšiť výkon AAS v špeciálnych prípadoch:

- prvky tvoriace hydrid môžu byť elektrochemicky konvertované na zodpovedajúce hydridy a merané pomocou AAS,
- kovy a polokovy môžu byť elektrochemicky predkoncentrované na veľkoplošných povrchových elektródach a merané na GF AAS. Týmto spôsobom je možné minimalizovať účinky matrice a vylepšiť detekčné limity.

Účel metód pre predkoncentráciu kovov sa často lísi v závislosti od toho, či sa tieto metódy používajú v environmentálnej alebo inej oblasti. Príslušná metóda musí byť účinná, musí poskytovať vysokú citlivosť a selektivitu, čo je užitočné pri použití v kombinácii s technikami atómovej spektrometrie.

Postupy predkoncentrácie sú významnými nástrojmi v analytických postupoch, pretože ich aplikácie zaručujú analýzu stopových kovov v komplexných matriciach a zlepšujú výkonnosť analytických techník. Okrem toho sa používajú predkoncentračné postupy využívajúce koncepciu čistej chémie a zníženie spotreby vzoriek / činidiel. V tomto príspevku sa diskutuje o stručnom opise metód prekoncentračných postupov súvisiacich s elektrochemickou depozíciou, ako aj o niektorých aplikáciách.

KLÚČOVÉ SLOVÁ: *stopová analýza, AAS, kovy*

ACKNOWLEDGEMENT:

This work was supported by the Slovak Grant Agency VEGA (project No. I/0489/16)

CONTACT ADDRESS

Alena MANOVÁ

Institute of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical and Food Technology, STU Bratislava,
Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovakia
e-mail: alena.manova@stuba.sk

Ernest BEINROHR

Institute of Analytical Chemistry, Faculty of Chemical and Food Technology, STU Bratislava,
Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovakia