

# Trennung von Iod-Spezies mit CE-DAD-ICP-MS

B. Kuczewski<sup>1,2</sup>, R. A. Buda<sup>1</sup>, J. V. Kratz<sup>1</sup>, N. Trautmann<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut für Kernchemie, Universität Mainz, D-55099 Mainz, Deutschland; <sup>2</sup> Institut für Analytische Chemie und Radiochemie, TU Graz, 8010 Graz, Österreich

Zur Demonstration der Möglichkeiten und zur Systemoptimierung wurde die Kopplung des CE-DAD-ICP-MS Systems<sup>[1]</sup> verwendet um verschiedene iodhaltige Spezies voneinander zu trennen.

Dazu wurde in 1M Essigsäure Iod und Kaliumiodid gelöst. In der Lösung sind dabei neben I<sup>-</sup> auch I<sub>3</sub><sup>-</sup> Ionen zu erwarten. Durch die starke Färbung der Lösungen sollte ein Nachweis der Ionen sowohl im DAD als auch in der ICP-MS möglich sein. Durch die Bestimmung der verschiedenen Laufzeiten eines Analyten in den unterschiedlichen Detektoren ist eine mathematische Korrektur möglich. Nur durch eine solche Korrektur kann später auch die sichere Aussage darüber getroffen werden, ob ein in der ICP-MS detektiertes Metallion auch die gleiche elektrophoretische Mobilität besitzt, wie ein im DAD nachgewiesener Ligand. Diese wäre ein Indiz für eine Komplexierung des Metallions am Liganden.

Abbildung 1 zeigt zwei Spezies, die sich aus der iodhaltigen Lösung separieren lassen.

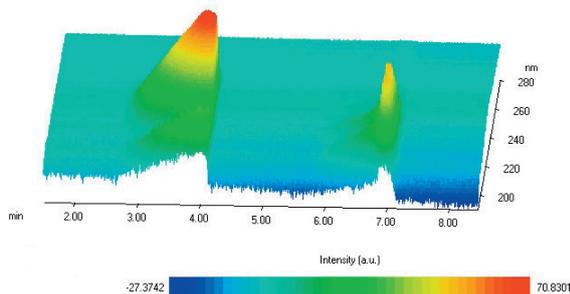


Abbildung 1: 3D-Elektropherogramm (Absorption vs. Wellenlänge und vs. Zeit) einer Iod/Iodid-Lösung

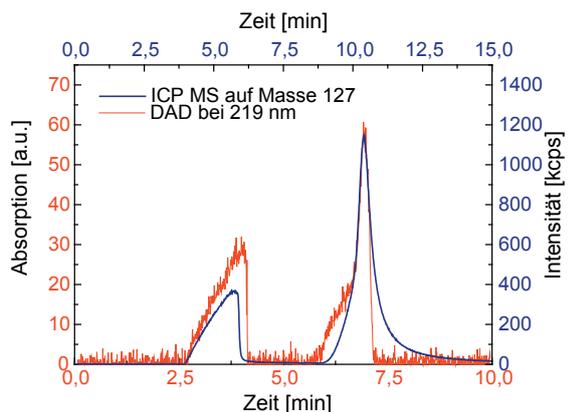


Abbildung 2: Überlagerte Signale des DAD und der ICP-MS einer Iod/Iodid-Lösung in 1M AcOH

Überlagert man das erhaltene Signal des DADs bei 219 nm mit dem ICP-MS Signal auf der Masse 127, so lassen sich die Signale der beiden Detektoren mit einem Zeitfaktor von 1,5 annähernd zur Deckung bringen, wie Abbildung

2 zeigt. Vor dem zweiten Iodsignal zeigt sich ein Unterschied zur MS. Ursache scheint eine UV-aktive aber nicht iodhaltige Spezies zu sein, die das nicht abgetrennte Signal zu Anfang verursacht. Das Ausschleppen der Signale im MS rührt von der hohen Konzentration und dem damit verbundenen Memoryeffekt her.

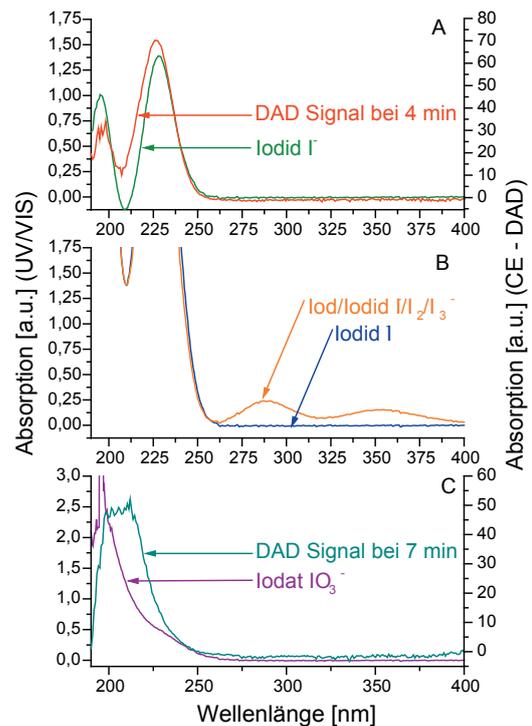


Abbildung 3: UV-Spektren der abgetrennten iodhaltigen Spezies und verschiedener iodhaltiger Lösungen alle in 1 M Essigsäure, oben(a) reines Iodid und die erste mit der CE abgetrennte Spezies, mitte(b) Lösungen von Iodid und einer Mischung aus Iod und Iodid, unten(c) reines Iodat und die zweite mit der CE abgetrennte Spezies

Zur Zuordnung der abgetrennten iodhaltigen Spezies wurden Vergleichsspektren von Lösungen der reinen Kaliumsalze aufgenommen. Die Spektren sind in Abbildung 3 gezeigt. Dabei lässt sich die erste abgetrennte Spezies als reines Iodid identifizieren, während die zweite Spezies sich weder dem I<sub>3</sub><sup>-</sup> noch dem IO<sub>3</sub><sup>-</sup> zuordnen lässt. Der Unterschied im ersten Spektrum(a) ist auf die schlechtere Transparenz der gebogenen Kapillare gegenüber einer UV-Küvette im UV-Wellenlängenbereich zurückzuführen. Durch die Aufnahme kompletter Spektren während der Trennung ist eine Zuordnung der Spezies nachträglich problemlos möglich.

## Literatur

[1] B. Kuczewski et al.; Institut für Kernchemie, Universität, Mainz, Jahresbericht 2004, C6.