



Application Note AN-S-395

Forensische Untersuchungsanalyse mit IC

Bestimmung niedriger Konzentrationen von Chlorat, Thiosulfat, Thiocyanat und Perchlorat neben den Standardanionen in Sprengstoffen und Explosionsrückständen

Forensische Institute untersuchen Terroranschläge und Kampfstoffe mit Hilfe der Spurenanalyse der verwendeten Sprengstoffe und deren Rückstände. Hauptbestandteile von Sprengstoffen sind Brennstoffe und Oxidationsmittel wie Oxohalogenide (z. B. Chlorat, Perchlorat) sowie Nitrate, Schwefel, phosphorhaltige Verbindungen, Metalle, Zucker und Kohlenwasserstoffe [1]. Zu den typischen anorganischen Rückständen nach einer Sprengung gehören Thiocyanat und Thiosulfat. Für die Kriminalpolizei und die staatlichen Sicherheitsbehörden ist die Ermittlung von

"chemischen Fingerabdrücken" besonders wichtig. Solche Verbindungen, die den Boden kontaminieren und in das Grundwasser eindringen können, werden von Instituten der öffentlichen Gesundheit und des Umweltschutzes analysiert. Die Ionenchromatographie (IC) mit suppressierter Leitfähigkeitsdetektion ermöglicht eine empfindliche und robuste Bestimmung von anionischen Verunreinigungen wie Chlorat, Thiosulfat, Thiocyanat und Perchlorat neben den anorganischen Standardanionen über einen breiten Konzentrationsbereich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Es wurden künstliche Proben in 10%igem Methanol gelöst und automatisch mittels Inline-Ultrafiltration filtriert. Die intelligente Partial-Loop-Injektionstechnik (MiPT) von Metrohm ermöglicht die Injektion eines präzisen, variablen Volumens in Abhängigkeit von der Probenmenge, und eine automatische Kalibrierung. Die Anionen werden auf der analytischen Säule Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 mit einem Natriumcarbonat/Natriumhydrogencarbonat-Eluenten und einem Flussgradienten getrennt (**Abbildung 1**). Die sequenzielle Suppression, einschließlich chemischer und CO_2 -Suppression, reduziert die Hintergrundleitfähigkeit auf etwa $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ und verbessert so das Signal-Rausch-Verhältnis erheblich. Alle Anionen werden mit einem Leitfähigkeitsdetektor bestimmt und mit Hilfe der MagIC Net-Software quantifiziert.



Abbildung 1. Kompakte, benutzerfreundliche Metrohm IC-Geräte zur Quantifizierung verschiedener Anionen in Sprengstoffen und Explosionsrückständen.

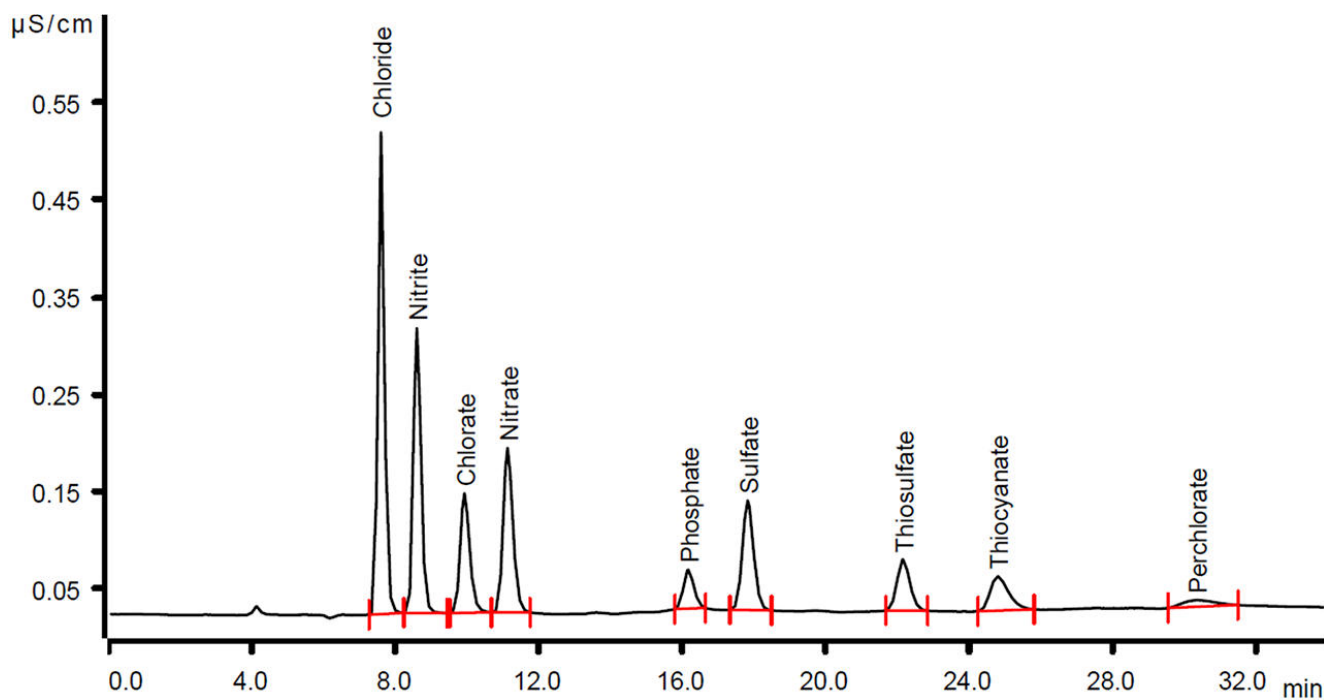


Abbildung 2. Suppressiertes Leitfähigkeitssignal von anorganischen Anionen (1 mg/L), die auf einer Metrosep A Supp 4 - 250/4.0-Säule getrennt wurden (Eluent: 1,8 mmol/L Natriumcarbonat, 1,7 mmol/L Natriumhydrogencarbonat, Flussgradient 0,7-1,5 mL/min, Säulentemperatur 30 °C, Probenvolumen 10 µL).

ERGEBNISSE

Die entwickelte IC-Methode bietet eine unkomplizierte, robuste und schnelle Analyse von anionischen Additiven und Rückständen, die mit Sprengstoff in Verbindung stehen. **Abbildung 2** zeigt

das Chromatogramm einer 1 mg/L Standardlösung. Die Methode deckt die in **Tabelle 1** aufgeführten Spezifikationen ab.

Tabelle 1. Methodenspezifikationen

Parameter	Spezifikation
Bestimmungsgrenze (LOQ)	≤ 1 mg/L für jedes Anion, RSD ≤ 25 %
Kalibrierung	Anionen = 1–100 mg/L Perchlorat = 1–50 mg/L
Auflösung	≥ 2 für jede Trennung
Blindwert	$<0,1$ mg/L
Laufzeit	32 Min

FAZIT

Ein Flussgradient beschleunigt die spät eluierenden Komponenten. Dadurch verkürzt sich die Analysezeit auf 32 Minuten und die Peakform wird verbessert. Die Analyse wurde durch das zugesetzte Methanol in der Probenmatrix nicht beeinträchtigt. Für alle Komponenten lag die Bestimmungsgrenze unter 1 mg/L und die Auflösung über den gesamten Kalibrierbereich bei über 2. Die Verwendung der Metrosep A Supp 4-Säule bei Raumtemperatur ermöglicht die Analyse mit einem kompakten IC-

System. Für eine umfassende Explosionsstoffcharakterisierung, die sowohl die oben genannten Anionen als auch Kationen beinhaltet, ist ein professionelles Zweikanalsystem eine rentable Lösung. Detailliertere Untersuchungen von Sprengstoffrückständen werden mit IC-MS (Ionenchromatographie mit Massenspektrometrie gekoppelt) durchgeführt, um die Identifizierung des Analyten zusätzlich mit einem Massendetektor zu bestätigen [2].

REFERENZEN

1. Dicinoski et al. (2006), Analytical Letters, 39(4), 639–657.

2. Barron et al. (2014), Analytica Chimica Acta 806 (2014) 27–54.

Interne Referenz: AW IC FR6-0100-062017

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

GERÄTEKONFIGURATION

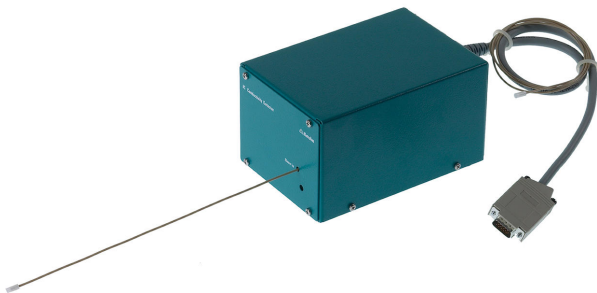


930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg

Der 930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg ist das intelligente Compact-IC-Gerät mit **Säulenofen**, **sequenzieller Suppression** und eingebautem **Degasser**. Zur Regeneration des Suppressors kann ein 800 Dosino eingesetzt werden. Das Gerät kann mit beliebigen Trenn- und Detektionsmethoden eingesetzt werden.

Typische Anwendungsgebiete:

- Anionen- oder Kationenbestimmungen mit sequenzieller Suppression und Leitfähigkeitsdetektion



IC Conductivity Detector

Kompakter und intelligenter Hochleistungs-Leitfähigkeits-Detektor zu den intelligenten IC Geräten. Hervorragende Temperaturkonstanz, die gesamte Signalverarbeitung innerhalb des geschützten Detektorblocks und DSP – Digital Signal Processing – der letzten Generation garantieren höchste Präzision der Messung. Dank dem dynamischen Arbeitsbereich sind keine (auch nicht automatische) Bereichswechsel notwendig.



Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Die Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 ist eine äusserst robuste Säule, die mit sehr guten Trenneigenschaften aufwartet. Die Trennphase besteht aus Polyvinylalkohol-Partikeln mit quaternären Ammoniumgruppen und einem Durchmesser von 9 µm. Dieser Aufbau gewährleistet hohe Stabilität und grössere Toleranz gegenüber Feinstpartikeln, die die integrierte Filterplatte passieren könnten. Die Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 besitzt eine mittlere Ionenaustauschkapazität; Sulfat eluiert nach 12.5 Minuten. Die Bodenzahlen, die sich mit dieser Trennsäule erzielen lassen, sind höher als auf der Metrosep Anion Dual 2 - 75/4.6. Die A Supp 4 - 250/4.0 ist besonders für alle Routineaufgaben in der Wasseranalytik geeignet.



858 Professional Sample Processor – Pump

Der 858 Professional Sample Processor – Pump verarbeitet Proben von 500 µL bis 500 mL. Der Probentransfer erfolgt entweder mit der eingebauten bidirektionalen Zweikanal-Peristaltikpumpe oder mittels eines 800 Dosino.



MSM Rotor A

Suppressor-Rotor für alle IC-Geräte mit MSM (Metrohm Suppressor Modul)