

3 Probenvorbereitung

3.3 Veraschung und Glühverlust

Dana Zimmer, Rhena Schumann

Da der Gehalt an organischer Substanz im Boden und einigen Mudden < 15 % ist, ist eine Veraschung nicht notwendig, evtl. kontraproduktiv. Die Umwandlung von Mineralen, z. B. Goethit zu Hämatit, bindet P stärker (kovalent, Cornell & Schwertmann 2006). Kristallwasser aus Tonmineralen geht verloren, sodass die Partikel schrumpfen und Elemente fest einschließen. Proben mit > 15 % organischem Gehalt (Blume et al. 2010) können, Proben mit > 30 % (Torfe) müssen verascht werden. Wenn Veraschen nicht möglich ist, müssen solche organikreichen Proben sehr harsch (Mikrowelle, H₂O₂ plus HNO₃) aufgeschlossen werden. Tierisches Material (außer Knochen) sollte immer verascht oder bei Mikrowellenaufschluss zumindest gefriergetrocknet und fein gemahlen werden.

Sind in Boden- und Sedimentproben erhöhte Eisenkonzentrationen vorhanden, färbt sich bei der Veraschung die Probe rot, da zwischen 500 und 600 °C vorhandene gelblich-bräunliche Ferrihydrite bzw. Goethit in roten Hämatit umgewandelt werden (Derie et al. 1976). Solche Rotfärbung des Materials erschwert die Neutralisation nach dem Persulfataufschluss, weil der Indikator selbst gelb ist. Die bei hohen Fe-Konzentrationen im Extrakt während der Neutralisation auftretenden Fe-Flocken können einen Teil des P binden und so dem photometrischen Nachweis entziehen bzw. können die Flocken die Trübung während der photometrischen P-Bestimmung erhöhen.

Bei der Veraschung von tierischem Material, wie Fischen oder Muscheln, werden große Mengen Ruß im Muffelofen freigesetzt. Das liegt am hohen Fettanteil der Biomasse. Muscheln müssen wegen der Unterschiede in der Zusammensetzung der Matrix in Muschelfleisch und -schalen getrennt werden. Der hohe Kalkanteil kann unter Umständen den Aufschluss stören (vgl. Kapitel 2.2). Phosphorgehalte in Wirbeltieren werden häufig nur für den Nutzanteil angegeben. Wenn es aber um P-Bilanzen geht, braucht man auch den P-Gehalt der Knochen. Im Wissenschaftscampus Phosphorforschung liegen derzeit nur punktuell Erfahrungen mit der Vorbehandlung und Extraktion von tierischen Produkten vor, z. B. bei Fischen.

Vor der Veraschung muss das Material bis zur Gewichtskonstanz (gefrier)getrocknet sein. Länger gelagertes Material (Wochen-Monate) muss vor der Einwaage evtl. noch einmal getrocknet werden. Bei der Veraschung müssen unbedingt die Trockeneinwaage und die Ascheauswaage registriert werden, um den Glühverlust zu bestimmen. Nur darüber können die Elementkonzentrationen auf ihren Anteil in der Trockenmasse umgerechnet werden.

Protokoll

- ▶ Leermasse der Tiegel bestimmen
- ▶ Sediment oder trockene Biomasse einwiegen (Mengenabschätzung in Tab. 3.3-1)
- ▶ Länger gelagerte Trockenmasse vor der Einwaage noch einmal einige Stunden im Exsikkator trocknen
- ▶ Folgende Massen notieren: Tiegel leer, Tiegel mit Trockenmasse und Tiegel mit Asche
- ▶ Tiegel für 4 Stunden bei 550 °C in den Muffelofen,
- ▶ Achtung: sehr lange Abkühlzeit im Ofen > 12 h, Umsetzen in Exsikkator nur mit Tiegelzange!!!
- ▶ Tiegel im Exsikkator weiter abkühlen und wiegen
- ▶ Vor der Berechnung des Glühverlusts unbedingt alle Massen ohne Tiegelmasse berechnen!
- ▶ Die Mindestmassen der Aschen sollten 50 mg nicht unterschreiten, damit evtl. Kontaminationen nur einen geringen Einfluss auf das Ergebnis haben.
- ▶ Es ist sicherer, schrittweise zu rechnen (vgl. Beispiel), da weder die Tiegelmassen noch die Umrechnung von Asche (g absolut), Glührückstand (% Trockenmasse) sich einfach ausklammern oder umstellen lassen.

Tabelle 3.3-1 Übliche Einwaagen an Trockenmasse für die Veraschung des Materials

Trocknung		
Trockenmasse	Einwaage	Glührückstand (%)
(ca. g)		
Böden	wenig gebräuchlich	>90
Sediment	1	20-90
Algen	0,5	10-40
Pflanzen	0,5-1	
Tiergewebe		

Gleichung 3.3-1 Berechnung des Glührückstands in % Trockenmasse

$$GR = \frac{A}{TM} \cdot 100\%$$

A Asche (g oder mg)
 TM Trockenmasse (g oder mg)
 GR Glührückstand (%)

Gleichung 3.3-2 Berechnung des Glühverlusts in % Trockenmasse

$$GV = 100\% - GR$$

$$GR = \frac{T_{i_{aus}} - T_{i_{eer}}}{T_{i_{en}} - T_{i_{eer}}} = \frac{27,198 - 26,087}{27,587 - 26,087} \cdot 100\%$$

$$= \frac{1,111}{1,5} \cdot 100\% = 74\%$$

$$GV = 100\% - 74\% = 26\%$$

GV (%) Glühverlust
 T_{ein} Tiegeleinwaage mit
 Trockenmasse (g)
 T_{aus} Tiegelauswaage nach
 Veraschung (g)
 T_{leer} (Tiegelleermasse (g)

Der Glühverlust ist der organische Gehalt der Substanz, die durch Veraschung verloren geht (Elemente: C, H, O und N).

Literatur

- Blume H-P, Brümmer GW, Horn R, Kandeler E, Kögel-Knabner I, Kretschmar R, Stahr K, Wilke B-M, Thiele-Bruhn S, Welp G (2010) Scheffer/Schachtschabel. Lehrbuch der Bodenkunde. Spektrum Akademischer Verlag 16. Aufl., ISBN: 9783827414441
- Cornell RM, Schwertmann U (2006) The iron oxides: Structure, properties, reactions, occurrences and uses. Wiley VCH Verlag, Weinheim, 2. Completely and revised ed., ISBN: 9783527606443
- Derie R, Ghodsi M, Calvo-Roche C (1976) DTA study of the dehydration of synthetic goethite αFeOOH . J thermal Analysis 9: 435-440, DOI: [10.1007/BF01909409](https://doi.org/10.1007/BF01909409)

For citation: Zimmer D, Schumann R (*year of download*) Kapitel 3.3 Veraschung und Glühverlust (Version 1.0) in Zimmer D, Baumann K, Berthold M, Schumann R: Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben. DOI: 10.12754/misc-2018-0001

Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben