

4. Aufschlüsse

4.1 Mikrowellenaufschlüsse

4.1.4 Salpetersäure und Wasserstoffperoxid (30 %): Torf, Knochenkohle, krautiges Pflanzenmaterial

Dana Zimmer, Rhena Schumann

Eignung

Dieser Aufschluss wird überwiegend bei Torf, Knochenkohlen und schwer aufschließbarem Pflanzenmaterial wie Holz, Wurzeln und Kartoffelknollen angewendet. Werden Knochenkohlen u. ä. aufgeschlossen, ist das Mikrowellenprogramm mit der langen Aufschlusszeit zu wählen (s. u.). Alle wichtigen Elemente (z. B. Nährstoffe) sind generell messbar, z. B. Fe, Mn, Al, Na, Ca, K, Mg und P. Bei gleichzeitiger Spurenelementanalytik, z. B. Cd, Cu, Pb, Zn, müssen alle Gefäße wieder mit Säure gespült werden.

Werden Knochenkohlepartikel mit < 0,03 g eingewogen und sollen neben P noch z. B. Fe und Zn bestimmt werden, sollten nur 1,7 ml HNO₃ und 1 ml H₂O₂ zugegeben werden und die Proben nach dem Aufschluss nur auf 20 oder 50 ml aufgefüllt werden, um oberhalb der Bestimmungsgrenze für Spurenelemente zu liegen. Für die P-Bestimmung am ICP muss evtl. wieder verdünnt werden.

Eine photometrische Detektion des P ist unüblich. Der Molybdänblau-nachweis ist nicht geeignet (Hansen & Koroleff 1999, Kapitel 4.1.2 und Kapitel 5.2.3).

Konzentrationsbereich

Der Messbereich und die Nachweisgrenzen für P sind sehr stark von der Wahl der Detektionsmethode abhängig. Allgemein ist die ICP die Methode mit der höchsten (schlechtesten) Nachweis- und Bestimmungsgrenze (Kapitel 5.1). Hier kann durch eine Anpassung der Materialeinwaage in das Aufschlussreagenz die Konzentration in der Messlösung so angepasst werden, dass die Konzentration in der Messung im Messbereich liegt.

Allerdings erfasst die ICP neben ortho-Phosphat auch gelöste gebundene Phosphorverbindungen, was jedoch in harschen Aufschlüssen kaum Unter-

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

schiede ausmachen kann, weil P weitgehend vollständig in Phosphat umgewandelt sein sollte. Die ICP hat auch einen wesentlich größeren Messbereich als photometrische Verfahren (Kapitel 9), was (Folge)Fehler durch Verdünnungen ausschließt.

In Extrakten von Pflanzenmaterial, Torf und Knochenkohle werden hauptsächlich essenzielle Nährstoffe (z. B. Fe, Mn, Al, Na, Ca, K, Mg und P) bestimmt.

Protokoll

Tag 1: Vorbereitung

- ▶ Schutzkleidung anlegen (Handschuhe, Schürze, Brille).
- ▶ 0,1 bis maximal 0,5 g fein gemahlene Material in die Teflongefäße der Mikrowelle einwiegen.
- ▶ Standards und 2 Blindwerte (5 ml HNO₃ und 3 ml 30 %iges H₂O₂) vorbereiten und einschließen.
- ▶ Unter dem Abzug 5 ml konzentrierte HNO₃ (Wände sauber spülen von Probenmaterial) und 3 ml 30 %iges H₂O₂ zur Probe geben.
- ▶ Proben bis zum nächsten Tag offen unter dem Abzug stehen lassen.

Tag 2: Aufschluss

- ▶ Gefäße verschließen, Mikrowelle nach Vorschrift bedienen (sh. Bsp. unten), ca. 1 h abkühlen lassen.
- ▶ Nach dem Aufschluss über (Kunststoff)trichter in 50 oder 100 ml (Kunststoff)kolben überführen (die Lösung muss klar und ohne Rückstände sein, kann aber evtl. grün oder gelb verfärbt sein).
- ▶ Mikrowellengefäße und Trichter mit Reinstwasser in die Kolben abspülen und Kolben auf 50 bzw. 100 ml auffüllen.
- ▶ Über Faltenfilter (z. B. Macherey-Nagel™ Faltenfilter MN 612 Rückhaltevermögen 5-8 µm oder phosphorarm MN 616 G Rückhaltevermögen 4-12 µm) in (säuregespülte) PE-Flaschen (Rückstellprobe) und dann einen Teil (20 ml) in ICP-Gefäße überführen.

Tabelle 4.1.4-1 Aufschlussprogramm für die Mikrowelle MarsXpress für Pflanzentrockenmasse und Torf

Stufe	Max. Power (W)	Power (%)	Ramp (min)	Temperatur (°C)	Halten (min)
1	1200	100*	15:00	200	5:00
2	1200	100	1:00	210	5:00
3	1200	100	1:00	220	5:00

Tabelle 4.1.4-2 Erweitertes Aufschlussprogramm für Knochenkohle u. ä. schwer aufschließbares Material

Stufe	Max. Power (W)	Power (%)	Ramp (min)	Temperatur (°C)	Halten (min)
1	1200	100*	15:00	200	5:00
2	1200	100	1:00	210	5:00
3	1200	100	1:00	220	45:00

*Die Einstellungen für "Power" sind abhängig von der Anzahl der belegten Gefäße: 8-12 Gefäße (50 %), 13-20 Gefäße (75 %) und > 20 Gefäße (100 %).

Tag 3: Messung

- ▶ Bestimmung am ICP-OES (Wellenlängen für P 214,914 oder 213,617 nm, Kapitel 5.1)

Literatur

Hansen H P, Koroleff F (1999) Determination of nutrients. In: Grasshoff K, Kremling K, Ehrhardt M (Eds.) Methods of seawater analysis. Wiley-VCH, . Aufl. 159-251, DOI: [10.1002/9783527613984.ch10](https://doi.org/10.1002/9783527613984.ch10)

For citation: Zimmer D, Schumann R (*year of download*) Kapitel 4.1.4 Salpetersäure und Wasserstoffperoxid (30 %): Torf, Knochenkohle, krautiges Pflanzenmaterial (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