

4. Aufschlüsse

4.3 Kochende Aufschlüsse

4.3.3 Aufschluss mit HClO_4 : Fischfleisch und Fischknochen

Dana Zimmer, Sebastian Marcus Strauch, Rhena Schumann

Alle Arbeiten finden unter dem Abzug statt! Prüfen, ob der vorhandene Abzug für HClO_4 geeignet ist!

Tag 1: Vorbereitung und HClO_4 -Aufschluss

- ▶ Schutzkleidung anlegen (Handschuhe, Schürze, Brille).
- ▶ 250 mg getrocknete Fischprobe in Teflongefäße einwiegen (Heinrichs et al. 1986).
- ▶ Um die organische Substanz zu oxidieren, werden 3 ml konz. HNO_3 zugegeben und die Proben für 1 h auf einer Heizplatte bei 60 °C behandelt.
- ▶ Anschließend werden 3 ml konz. HClO_4 zugegeben und die Teflongefäße verschlossen.
- ▶ Die Gefäße werden für 12 h auf 185 °C im Ofen erhitzt.

Tag 2: Quantitative Überführung zur Elementbestimmung

- ▶ Danach werden die Gefäße vorsichtig geöffnet und
- ▶ die Säuren bei 185 °C auf der Heizplatte verdunstet bis die Proben fast trocken sind.
- ▶ Die Proben werden dann 3 Mal mit 2 ml 1 + 1 HCl abgeraucht.
- ▶ Zu den Proben werden 5 ml 2 vol. % HNO_3 gegeben und für 1 h bei 60 °C behandelt.
- ▶ Nach dem Abkühlen wird die Probe in ein 50 ml Zentrifugenröhrchen überführt und
- ▶ mit 2 vol. % HNO_3 aus dem Teflongefäß gespült und im Zentrifugenröhrchen mit 2 vol. % HNO_3 zu 50 ml aufgefüllt.
- ▶ Die Elementbestimmung erfolgte am ICP-OES am IOW (iCAP 7400 Duo, Thermo Fisher Scientific).

Literatur

Heinrichs, H, Brumsack, HJ, Loftfield, N, König, N (1986) Verbessertes Druckaufschlußsystem für biologische und anorganische Materialien. J Plant Nutr Soil Sci 149, 350-353, DOI: [10.1002/jpln.19861490313](https://doi.org/10.1002/jpln.19861490313)

For citation: Zimmer D, Strauch SM, Schumann R (*year of download*) Kapitel 4.3.3 Aufschluss mit HClO_4 : Fischfleisch und Fischknochen (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