

4. Aufschlüsse

4.4 Neutralisation

4.4.1 Neutralisation bei erhöhten Eisenkonzentrationen

Dana Zimmer, Rhena Schumann

Sind in Boden- und Sedimentproben erhöhte Eisenkonzentrationen vorhanden, färbt sich bei Veraschung die Probe rot, da zwischen 500 und 600 °C der vorhandene gelblich-bräunliche Ferrihydrite bzw. Goethit dehydriert und in roten Hämatit umgewandelt wird (Derie et al. 1976, Prasad et al. 2006, Schwertmann 1959). Wird nach Probenaufschluss mit saurem Persulfat bzw. HCl die Probe erst mit Ammoniak alkalisiert (Farbumschlag des Nitrophenols von farblos zu gelb) (anschließend mit HCl wieder neutralisiert; Farbumschlag zu farblos), so fällt bei Zugabe von Ammoniak das Eisen als gelbliche Flocken (wahrscheinlich Ferrihydrit) aus (Abb. 4.4.1, Schwertmann et al. 2000, S. 73 ff.). Diese Flocken lösen sich bei Zugabe von HCl wieder auf. Die Probenextrakte sind nach Erreichen des Umschlagpunktes (Farbumschlag von gelb zu farblos) auf mögliche vorhandene kleine Flocken zu kontrollieren, ggf. sind noch 1 oder 2 Tropfen HCl hinzuzufügen, um die Flocken vollständig aufzulösen. Es ist sicherzustellen, dass keine Flocken vorhanden sind, da das Eisen stark den Phosphor sorbiert und somit durch Ausfällung und Sedimentation der Flocken die Phosphatkonzentration der Lösung bei photometrischer Messung unterschätzt würde bzw. derartige Flocken das Schlauchsystem eines ICP-OES verstopfen würden.



Abb. 4.4.1-1 Ausfällung des Ferrihydrits nach dem Aufschluss einer eisenhaltigen Probe

Literatur

- Derie R, Ghodsi M, Calvo-Roche C (1976) DTA study of the dehydration of synthetic goethite αFeOOH . J Thermal Anal 9: 435-440, DOI: [10.1007/BF01909409](https://doi.org/10.1007/BF01909409)
- Prasad, PSR, Shiva Prasad, K, Krishna Chaitanya, V, Babua EVSSK, Sreedhar, B, Ramana Murthy, S (2006) *In situ* FTIR study on the dehydration of natural goethite. J Asian Earth Sci 27, 503-511, DOI: [10.1016/j.jseaes.2005.05.005](https://doi.org/10.1016/j.jseaes.2005.05.005)
- Schwertmann, U (1959) Die fraktionierte Extraktion der freien Eisenoxyde in Boden, ihre mineralogischen Formen und ihre Entstehungsweisen. J Plant Nutr Soil Sci 84, 194-204, DOI: [10.1002/jpln.19590840131](https://doi.org/10.1002/jpln.19590840131)
- Schwertmann U, Cornell R M (2000) Pure Goethite from Fe III Systems. In Schwertmann and Cornell Iron Oxides in the Laboratory. Wiley VCH 2. Auflage, Weinheim, DOI: [10.1002/9783527613229.ch05](https://doi.org/10.1002/9783527613229.ch05)

For citation: Zimmer D, Schumann R (*year of download*) Kapitel 4.4.1 bei erhöhten Eisenkonzentrationen (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