

Institut für Bodenkunde  
und Waldernährung  
Büsgenweg 2  
D 37077 Göttingen

**Berichte des Forschungszentrums  
Waldökosysteme, Reihe B, Bd. 46  
1996**

**Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und  
Elementbestimmungs-Methoden des  
Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen  
Forstlichen Versuchsanstalt und des  
Zentrallabor II des Forschungszentrums  
Waldökosysteme  
Teil 1: Elementbestimmungsmethoden A-M**

von

**Nils König und Heike Fortmann**

Göttingen 1996

Institut für Bodenkunde  
und Waldernährung  
Büsgenweg 2  
D 37077 Göttingen



Institut für Bodenkunde  
und Waldernährung

Bügelweg 2  
D 37077 Göttingen

**Berichte des Forschungszentrums  
Waldökosysteme, Reihe B, Bd. 47  
1996**

**Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und  
Elementbestimmungs-Methoden des  
Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen  
Forstlichen Versuchsanstalt und des  
Zentrallabor II des Forschungszentrums  
Waldökosysteme**

**Teil 2: Elementbestimmungsmethoden N-Z  
und Sammelanhänge**

von

**Nils König und Heike Fortmann**

Göttingen 1996

Institut für Bodenkunde  
und Waldernährung  
Bügelweg 2  
D 37077 Göttingen



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Al	Alges	AAS(FI)	AlAlgesAAS2.1	AlAAS5	1

Al

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

### ALUMINIUM ges

Meßbereich: 0,2 - 80,0 mg/l

geeignet für:

Boden	AKE1.1. EXTEDTA1.1
Pflanze	
Wasser	

#### Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einer Lachgas/Acetylen-Flamme auf ca. 2900 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

#### Störungen:

Al wird in der Lachgas/Acetylen-Flamme teilweise ionisiert. Diese Störung kann durch CsCl-Zusatz beseitigt werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang1: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie. Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite	
Al	Alges	AAS(FI)	AlAlgesAAS2.1	AlAAS5	2	Al

#### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Lachgas/Acetylen-Brennerkopf

#### Chemikalien:

Cäsiumchlorid: CsCl (p.a.)

#### Lösungen:

ca. 50 % ige CsCl-Lösung: 50 g CsCl in 100 ml-Kolben einwiegen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 100 ml auffüllen

#### Eichung/Standards:

##### Stammlösungen:

Al: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 1 g/l Al

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l Al
S1:	10,0 mg/l Al
S2:	20,0 mg/l Al
S3:	40,0 mg/l Al
S4:	60,0 mg/l Al
S5:	80,0 mg/l Al

#### Mehrelementbestimmung:

Na [mg/l]	K [mg/l]	Mn [mg/l]	Al [mg/l]	Fe [mg/l]
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
0,5	0,5	1,0	10,0	2,0
1,0	1,0	2,0	20,0	4,0
2,0	2,0	4,0	40,0	8,0
3,0	4,0	6,0	60,0	12,0
4,0	6,0	8,0	80,0	16,0

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8	10,0 mg/l Al
K9	60,0 mg/l Al

Extinktions-Sollwert bei S1 (10,0 mg/l): 0,090

Alle Standards müssen statt mit H<sub>2</sub>O demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden !

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite	
Al	Alges	AAS(FI)	AlAlgesAAS2.1	AlAAS5	3	Al

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 5,0 Skt. Lachgas und 4,0 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (Siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1).

**Achtung:** bei der Al-Messung kommt es sehr leicht zur Bildung von Pyrokohlenstoff am Brennerschlitz (rot glühende Kügelchen). In diesem Fall müssen während des Spülschritts die Pyrokohlenstoff-Kügelchen vorsichtig mit dem Messing-Reinigungsstreifen entfernt werden. Bei stärkeren Ablagerungen muß die Messung unterbrochen werden und der Brennerkopfschlitz mit der Reinigungskarte gesäubert werden (ggf. muß die Flammenstöchiometrie (weniger Acetylen) geändert werden).

**Achtung:** der Brennerkopf sollte insbesondere bei AKe-Proben häufiger, mindestens jedoch jeden Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden !

Auch Zerstäuber und Mischkammer müssen des öfteren gründlich gereinigt werden, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch die stark salzhaltigen Lösungen möglichst zu vermeiden.

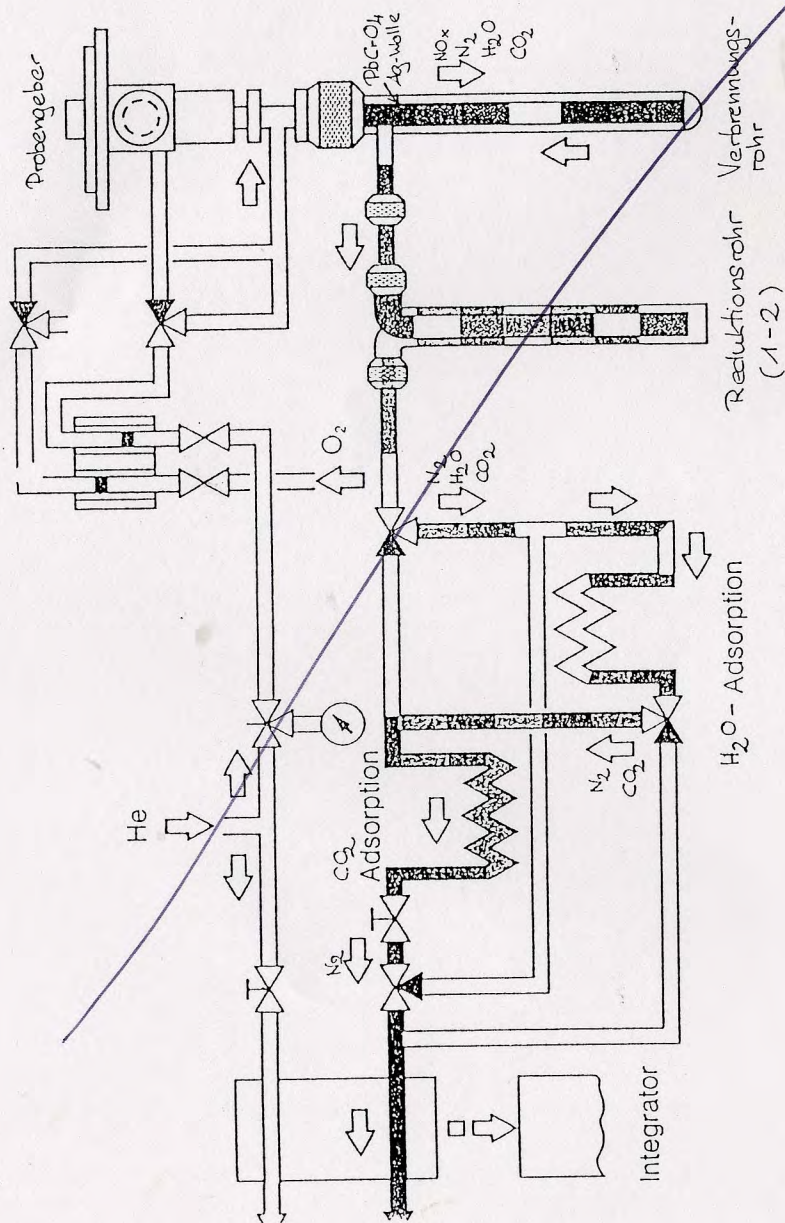
**Achtung:** Nach Möglichkeit sollte nicht an 2 Geräten gleichzeitig mit der Lachgas/Acetylen-Flamme gemessen werden. Die gleichzeitige Messung von Al an beiden Geräten ist nicht möglich (zu hohe Acetylen-Abnahme) !

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Al-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.



Flußdiagramm CHN-Rapid:



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
C	Cges	CNS	CCgesCNS1.2	C OXG1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.1995

**KOHLENSTOFF** gesamt

Meßbereich: C: 0,30 mg abs.

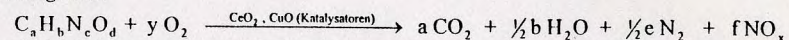
geeignet für:

Boden	ATNULL
Pflanze	ATNULL
Wasser	

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

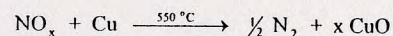
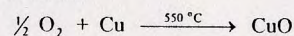
Der Aufschluß der Probe (Pflanzenmaterial, Bodenmaterial) erfolgt durch Verbrennung im Sauerstoffstrom bei Temperaturen zwischen 950 und 1050 °C. Die Proben werden in Zinnschiffchen dem Verbrennungsrohr zugeführt. Bei der Verbrennung des Zinns entstehen in unmittelbarer Nähe der Probe kurzfristig Temperaturen von 1600-1800 °C, wodurch auch schwer verbrennbare Substanzen quantitativ aufgeschlossen werden. Bei der Oxidation der C- und N-haltigen Verbindungen entstehen folgende Stoffe:

Verbrennungsrohr:



Da organische Substanz neben C, H, O und N auch S sowie Halogene enthält, entstehen neben den oben aufgeführten Verbindungen, flüchtige Halogen- und Schwefelverbindungen die an Silberwolfe bzw. Bleichromat gebunden werden und so aus dem Gasstrom entfernt werden. Als Trägergas wird Helium verwendet, da es keine Reaktionen eingeht. Anschließend wird überschüssiger Sauerstoff aus dem Gasstrom entfernt und Stickoxide zu Stickstoff reduziert.

Reduktionsrohr:



Das aus Stickstoff, Wasser, Kohlendioxid und Helium bestehende Gasgemisch wird nach Verlassen des Reduktionsrohres einem Trennsystem zugeführt.

Wasser wird in einem mit Magnesiumperchlorat und Sicapent (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) gefüllten U-Rohr gebunden. Das Kohlendioxid wird in einer mit Silicagel gefüllten Kupfersäule gebunden. Der verbliebene Stickstoff tritt in die Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle ein. Nach Beendigung der Stickstoffmessung wird die Kupfersäule auf ca. 85 °C aufgeheizt, das Kohlendioxid dabei ausgetrieben und zur Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle transportiert.

Störungen: keine

Anhang:	Lit.:
Anhang 1: Gasflußdiagramm Gerätekurzanleitung CNS1.1 Gerätekurzanleitung CNS-DV1.1	Betriebsanleitung für CHN-Rapid Heraeus G. Weser, CHN-Elementaranalyse im Halb- mikromaßstab, Heraeus-Sonderdruck 1983 Smith, Soil Analysis 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
C	Cges	CNS	CCgesCNS1.2	C OXG1	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

CHN-O-RAPID Elementaranalysator  
 Mehrkanalschreiber  
 Analysenwaage Sartorius M5P oder Sartorius Typ 4431  
 Zinnschiffchen von Heraeus (klein für Pflanzenproben; groß für Bodenproben)  
 Pinzette mit flachen Backen ca. 4 mm  
 Blasenähler, Seifenblasenströmungsmesser für die Dichtigkeitsprüfung

#### Chemikalien:

Acetanilid (p.a.) Merck Nr. 1.00011  
 Bleichromat gesintert 0,8-2,0 mm (p.a.) Merck Nr. 7512  
 Sicapent: P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> mit Feuchteindikator Merck Nr. 570  
 Magnesiumperchlorat granuliert (p.a.) Merck Nr. 5874  
 Cerdioxid 1-2 mm granuliert (p.a.) Merck Nr. 2263  
 Ag-Wolle (Heraeus)  
 Quarzwolle  
 NaOH 0,8-1,6 mm granuliert Merck Nr. 1567

#### Lösungen:

keine

#### Eichung/Standards:

##### Eichsubstanz:

Acetanilid (C-Gehalt: 71,09 %)

##### 1. Grundeichung:

Nach Veränderungen am Gerät wie z.B. neue Öfen, andere Abschaltswelle, Lufteintritt in die Meßzelle, sowie bei der Erstinbetriebnahme des Gerätes muß eine Grundeichung durchgeführt werden.

Die Messung der Eichsubstanzen erfolgt unter dem Geräteprogrammteil "automatisches Eichen". Es werden ca. 49 Acetanilidproben mit Einwaagen zwischen ca. 0,05 und 7,0 mg gemessen (aufsteigende oder absteigende Einwaagen).

Die ersten 5-6 Proben sollten Einlaufproben (Acetanilid) mittlerer Einwaage sein, die bei der Eichung nicht berücksichtigt werden.

Die Auswertung erfolgt über eine Regressionsanalyse. Die Eichkurve wird durch ein Polynom 4ten Grades beschrieben.

C

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
C	Cges	CNS	CCgesCNS1.2	C OXG1	3

#### 2. Bestimmung des Tagesfaktors:

Vor der Messung (täglich) werden 5 Proben Acetanilid (ca. 5 - 6 mg Einwaage) gemessen. Aus den letzten drei Werten dieser Proben wird der Tageskorrekturfaktor ermittelt. Bei Beginn der Messung wird der Tageskorrekturfaktor mit 1 bzw. dem Wert der vorangegangenen Messung angegeben. Der Tagesfaktor dient der Parallelverschiebung der Eichkurve, da sich die Meßbedingungen ändern können (Luftdruckschwankungen, Temperaturänderung etc.). Der Tagesfaktor sollte zwischen 0,950-1,050 liegen.

Tageskorrekturfaktor:

$$F = \frac{\text{C - Gehalt (theoretisch)}}{\text{C - Gehalt (Mittelwert, gemessene Werte)}}$$

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung CNS1.1 beschrieben.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen C-Gehalte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm CN-Editor bearbeitet (s. Kurzanleitung CNS-DV1.1).

C



Anhang Nr. **1** für **Ca** **Cages** **AAS(FI)** **CaCagesAAS1.1**

Methodenparameter Varian SpectrAA 300 (400) / 40

METHOD		Index Seite 3	Ca
ELEMENT	MATRIX		
PROGRAMM ID.	Ca	CaCagesAAS1.1	
INSTRUMENT MODE	ABSORBANCE		
CALIBRATION MODE	CONCENTRATION		
MEASUREMENT MODE	INTEGRATION		
INSTRUMENT PARAMETERS		Index Seite 4	
LAMP POSITION	4 / 4		
LAMP CURRENT (mA)	6		
SLIT WIDTH (nm)	0.5		
SLIT HEIGHT	NORMAL		
WAVELENGTH (nm)	422.7		
FLAME	N2O-ACETYLEN		
SAMPLE INTRODUCTION	AUTO NORMAL		
REPLICATES	3		
MEASUREMENT TIME (sec)	1.5		
DELAY TIME (sec)	8		
BACKGROUND CORRECTION	OFF		
SAMPLE CHANGER		Index Seite 7	
RINSE RATE	1		
RINSE TIME	5.0		
RECALIBRATION RATE	15		
RESLOPE RATE	0		
STANDARDS		Index Seite 8	
STANDARD 1	0,50		
STANDARD 2	1,00		
STANDARD 3	2,00		
STANDARD 4	3,00		
STANDARD 5	4,00		
CONCENTRATION UNITS	mg/l		
RESLOPE STANDARD NO.	1		
REPORT FORMAT		Index Seite 12/13	
OPERATOR	Name der BedienerIn		
DATE	Datum		
BATCH NAME	Serien Nr. (z.B. W40A91)		
FORMAT	SEQUENTIAL		
DATA PRINTED	EACH READING		
PRINT	DURING RUN		
INSTRUMENT STATUS	YES		
NOTES	NO		
CALIBRATION RESULTS	YES		
CALIBRATION GRAPH	YES		
SAMPLE LABELS	YES		
LINES PER REPORT PAGE	72		

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Ca	Cages	AAS(FI)	CaCagesAAS2.1	CaAAS4	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

**CALCIUM ges**

Ca

Meßbereich: 0,10 - 20,00 mg/l

geeignet für:

Boden	AKE1.1, EXTETA1.1, AKT1.1
Pflanze	
Wasser	

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

Störungen:

Ca bildet in der Flamme Aluminate, Phosphate und verschiedene Oxide. Diese chemischen Interferenzen können unterdrückt werden durch Lanthan-Zusatz.

Anhang:	Lit.:
Anhang I: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Ca	Cages	AAS(FI)	CaCagesAAS2.1	CaAAS4	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

#### Chemikalien:

Lanthanchlorid:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (p.a.)

#### Lösungen:

Lanthan-Lösung: 133,7 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  werden mit  $\text{H}_2\text{O}$  demin auf 1000 ml aufgefüllt

#### Eichung/Standards:

#### Stammlösungen:

Ca: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit  $\text{H}_2\text{O}$  bidemin. auf 1 l auffüllen  
 => 1 g/l Ca

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l Ca
S1:	2,0 mg/l Ca
S2:	5,0 mg/l Ca
S3:	10,0 mg/l Ca
S4:	15,0 mg/l Ca
S5:	20,0 mg/l Ca

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8	2,0 mg/l Ca
K9	12,0 mg/l Ca

#### Mehrelementbestimmung:

Ca [mg/l]	Mg [mg/l]
0,0	0,0
2,0	2,0
5,0	5,0
10,0	10,0
15,0	15,0
20,0	20,0

Extinktions-Sollwert bei S1 (2,00 mg/l): 0,110

Alle Standards müssen statt mit  $\text{H}_2\text{O}$  demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden!

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Ca

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Ca	Cages	AAS(FI)	CaCagesAAS2.1	CaAAS4	3

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung sollte mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

Alle Standards, der Blank und die Proben müssen vor der Messung mit Lanthanlösung im Verhältnis 1:20 versetzt werden (5 ml Lanthanlg. auf 100 ml Blank oder Standard; 1 ml Lanthanlg. auf 20 ml Probe).

**Achtung:** bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden.

**Achtung:** es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen. Um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu beheben.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ca-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Ca



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Fe	Feges	AAS(FI)	FeFegesAAS2.1	FeAAS4	1

**Elementbestimmungsmethode:**

Datum: 01.01.1989

**E I S E N ges**

**Meßbereich: 0,04 - 16,00 mg/l**

geeignet für:

Boden	AKE1.1, EXTEDTA1.1
Pflanze	
Wasser	

Fe

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahelten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

**Störungen:**

keine

Anhang:	Lit.:
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Fe	Feges	AAS(FI)	FeFegesAAS2.1	FeAAS4	1

**Elementbestimmungsmethode:**

Datum: 01.01.1989

**E I S E N ges**

**Meßbereich:** 0,04 - 16,00 mg/l

geeignet für:

Boden	AKE1.1, EXTETA1.1
Pflanze	
Wasser	

Fe

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahelten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

**Störungen:**

keine

Anhang:	Lit.:
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Fe	Feges	AAS(FI)	FeFegesAAS2.1	FeAAS4	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

#### Chemikalien:

keine

#### Lösungen:

keine

#### Eichung/Standards:

##### Stammlösungen:

Fe: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 1 g/l Fe

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l Fe
S1:	2,0 mg/l Fe
S2:	4,0 mg/l Fe
S3:	8,0 mg/l Fe
S4:	12,0 mg/l Fe
S5:	16,0 mg/l Fe

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8	2,0 mg/l Fe
K9	12,0 mg/l Fe

Extinktions-Sollwert bei S1 (2,0 mg/l): 0,140

Alle Standards müssen statt mit H<sub>2</sub>O demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden!

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Fe	Feges	AAS(FI)	FeFegesAAS2.1	FeAAS4	3

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.  
 Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung sollte mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

**Achtung:** es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu vermeiden.

**Achtung:** bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Fe-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen.

Fe

Fe



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+PHM1.1	pH_ISE	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

pH-Meter 654 Metrohm oder pH-Meter 523 WTW mit Einstabmeßkette (z.B. Ingold Standard oder Mikroausführung) und Temperaturfühler  
 Bechergläser mit ca. 2 cm Durchmesser (25 ml) oder Reagenzgläser für MikroEinstabmeßkette

#### Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)  
 Pufferlösungen: pH 4,0, 5,0, 6,0, 7,0, 9,0 Merck  
 Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig von z.B. Ingold  
 evtl. Elektrolytlösung AgCl-haltig für die Einstabmeßkette

#### Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1-l-Kolben eingewogen und mit H<sub>2</sub>O demin. auf 1 l aufgefüllt.

#### Eichung/Standards:

##### Einzelbestimmung:

Eichstandards	
Puffer	pH 7,0
Puffer	pH 4,0

##### Mehrelementbestimmung:

Kontrollstandards:	
Puffer	pH 5,0
Puffer	pH 6,0
Puffer	pH 9,0

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in den Gerätekurzanleitungen PHM1.1 und PHM2.1 beschrieben.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen pH-Werte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Dateiname	HHPHM1.1.DOC	von Hand eintragen	Grafik einkl.
-----------	--------------	--------------------	---------------

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+(0-5)PHM1.1	pH_ISE	1

#### Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

### p H - W E R T

Meßbereich: 1,00 - 14,00

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1, NMin1.1, BNK1.1, AKel1.1, pHH2O1.1, pHKCl1.1, pHCaCl2/0.01/1.1
Pflanze	AKH1.1, NMin1.1
Wasser	ANULL

#### Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus der H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration:  

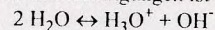
$$\text{pH} = -\log(\text{H}^+ \text{-Ionenkonzentration [mol/l]})$$

Diese Definition gilt für sehr verdünnte Lösungen, bei nicht ideal verdünnten Lösungen hängt der pH-Wert wie folgt von der H<sup>+</sup>-Ionenaktivität ab:

$$\text{pH} = -\log \frac{a_{\text{H}^+}}{a_{\text{H}^+}}$$

In "reinem" Wasser beträgt die H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration 10<sup>-7</sup> mol/l, d.h. der pH-Wert ist 7.

Unter diesen Bedingungen ist die OH<sup>-</sup>-Konzentration gleich der H<sup>+</sup>-Konzentration:



Hieraus ergibt sich das Ionenprodukt des Wassers:

$$10^{-14} [\text{mol/l}]^2 = \text{H}^+ [\text{mol/l}] \cdot \text{OH}^- [\text{mol/l}] \quad \text{oder} \quad \text{pH} + \text{pOH} = 14$$

In wässrigen verdünnten Lösungen liegt der pH-Wert demnach zwischen 0 und 14.

Die Messung der H<sup>+</sup>-Konzentration erfolgt potentiometrisch, d.h. es wird die Kettenspannung U zwischen zwei Elektroden gemessen. Hierbei handelt es sich um eine Bezugelektrode mit konstantem Potential (in der Regel eine Ag/AgCl-Elektrode) und einer Glaselektrode deren Potential von der H<sup>+</sup>-Konzentration in der Lösung abhängig ist. Die Messung erfolgt stromlos (hoher Innenwiderstand des Meßgerätes), sodaß keine elektrolytischen Reaktionen in der Lösung ablaufen können.

#### Störungen:

- Partikel in der Probe (Boden-, Humussuspensionen) stören das Potential der Elektrode, insbesondere wenn die Elektrode bewegt wird.
- Hohe Natriumkonzentrationen führen zu falschen Meßwerten. Fette, Öle und Eiweißstoffe belegen das Diaphragma und behindern so die Potentialeinstellung.
- Bei Proben mit pH-Werten über 5 kann sich während der Messung CO<sub>2</sub> in der Probe lösen wodurch der pH-Wert ansteigt.
- Bei Proben mit einer Leitfähigkeit unter 100 µS/cm erfolgt die Potentialeinstellung langsamer und die Potentialeinstellung wird durch Bewegungen der Elektrode stark gestört.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Gerätekurzanleitung: PHM1.1, PHM2.1	H. Christen: Lehrbuch der anorg. Chemie Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser- und Schlammuntersuchung pH-Messung - Grundlagen und Probleme, Fa. Ingold



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+(0-5)PHM1.1	pH_ISE	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

pH-Meter 654 Metrohm oder pH-Meter 523 WTW mit Einstabmeßkette (z.B. Ingold Standard oder Mikroausführung) und Temperaturfühler  
 Bechergläser mit ca. 2 cm Durchmesser (25 ml) oder Reagenzgläser für Mikroinstabmeßkette

#### Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)  
 Pufferlösungen: pH 4,0, 5,0, 6,0, 7,0, 9,0 Merck  
 Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig von z.B. Ingold  
 evtl. Elektrolytlösung AgCl-haltig für die Einstabmeßkette

#### Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1-l-Kolben eingewogen und mit H<sub>2</sub>O demin. auf 1 l aufgefüllt.

#### Eichung/Standards:

##### Einzelbestimmung:

Eichstandards	
Puffer	pH 7,0
Puffer	pH 4,0

Kontrollstandards:	
Puffer	pH 5,0
Puffer	pH 6,0
Puffer	pH 9,0

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in den Gerätekurzanleitungen PHM1.1 und PHM2.1 beschrieben.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen pH-Werte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Datename	1105PHM1.DOC	von Hand eingetragen	Graph: einkl
----------	--------------	----------------------	--------------

H

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+PHM1.2	pH_ISE	1

#### Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.03.1996

### pH - WERT

Meßbereich: 1,00 - 14,00

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1, NMin1.1
Pflanze	NMin1.1
Wasser	ANULL

#### Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

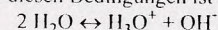
Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus der H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration:  

$$\text{pH} = -\log(\text{H}^+ \text{ - Ionenkonzentration } [\text{mol/l}])$$

Diese Definition gilt für sehr verdünnte Lösungen, bei nicht ideal verdünnten Lösungen hängt der pH-Wert wie folgt von der H<sup>+</sup>-Ionenaktivität ab:

$$\text{pH} = -\log \frac{a_{\text{H}^+}}{a_0 \text{H}^+}$$

In "reinem" Wasser beträgt die H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration 10<sup>-7</sup> mol/l, d.h. der pH-Wert ist 7.  
 Unter diesen Bedingungen ist die OH<sup>-</sup>-Konzentration gleich der H<sup>+</sup>-Konzentration:



Hieraus ergibt sich das Ionenprodukt des Wassers:

$$10^{-14} [\text{mol/l}]^2 = \text{H}^+ [\text{mol/l}] * \text{OH}^- [\text{mol/l}] \quad \text{oder} \quad \text{pH} + \text{pOH} = 14$$

In wässrigen verdünnten Lösungen liegt der pH-Wert demnach zwischen 0 und 14.

Die Messung der H<sup>+</sup>-Konzentration erfolgt potentiometrisch, d.h. es wird die Kettenspannung U zwischen zwei Elektroden gemessen. Hierbei handelt es sich um eine Bezugs elektrode mit konstantem Potential (in der Regel eine Ag/AgCl-Elektrode) und einer Glaselektrode deren Potential von der H<sup>+</sup>-Konzentration in der Lösung abhängig ist. Die Messung erfolgt stromlos (hoher Innenwiderstand des Meßgerätes), sodaß keine elektrolytischen Reaktionen in der Lösung ablaufen können.

#### Störungen:

- Hohe Natriumkonzentrationen führen zu falschen Meßwerten. Fette, Öle und Eiweißstoffe belegen das Diaphragma und behindern so die Potentialeinstellung.
- Bei Proben mit pH-Werten über 5 kann sich während der Messung CO<sub>2</sub> in der Probe lösen wodurch der pH-Wert ansteigt.
- Bei Proben mit einer Leitfähigkeit unter 100 µS/cm erfolgt die Potentialeinstellung langsamer und die Potentialeinstellung wird durch Bewegen der Elektrode stark gestört.

Anhang:	Lit.:
Gerätekurzanleitung: PHM1.1, PHM2.1	H. Christen: Lehrbuch der anorg. Chemie Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser- und Schlammuntersuchung pH-Messung - Grundlagen und Probleme. Fa. Ingold

H



Anhang Nr. **1** für **K** **Kges** **AAS(FI)** **KKgesAAS1.1**

Methodenparameter Varian SpectraAA 300 (400) / 40

METHOD		
PROGRAMM ID.	ELEMENT	MATRIX
	K	KKgesAAS1.1
INSTRUMENT MODE		
	ABSORBANCE	
CALIBRATION MODE		
	CONCENTRATION	
MEASUREMENT MODE		
	INTEGRATION	

Index Seite 3

INSTRUMENT PARAMETERS	
LAMP POSITION	2 / 2
LAMP CURRENT (mA)	6
SLIT WIDTH (nm)	1.0
SLIT HEIGHT	NORMAL
WAVELENGTH (nm)	769.9
FLAME	AIR-ACETYLEN
SAMPLE INTRODUCTION	AUTO NORMAL
REPLICATES	3
MEASUREMENT TIME (sec)	1.5
DELAY TIME (sec)	8
BACKGROUND CORRECTION	OFF

Index Seite 4

SAMPLE CHANGER	
RINSE RATE	1
RINSE TIME	5.0
RECALIBRATION RATE	23
RESLOPE RATE	0

Index Seite 7

STANDARDS	
STANDARD 1	1.00
STANDARD 2	2.00
STANDARD 3	4.00
STANDARD 4	6.00
STANDARD 5	8.00
CONCENTRATION UNITS	mg/l
RESLOPE STANDARD NO.	1

Index Seite 8

REPORT FORMAT	
OPERATOR	Name der BedienerIn
DATE	Datum
BATCH NAME	Serien Nr. (z.B.W40A91)
FORMAT	SEQUENTIAL
DATA PRINTED	EACH READING
PRINT	DURING RUN
INSTRUMENT STATUS	YES
NOTES	NO
CALIBRATION RESULTS	YES
CALIBRATION GRAPH	YES
SAMPLE LABELS	YES
LINES PER REPORT PAGE	72

Index Seite 12/13

K

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
K	Kges	AAS(FI)	KKgesAAS2.1	KAAS4	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

**KALIUM ges**

Meßbereich: 0,02 - 6,00 mg/l

geeignet für:

Boden	AKE1.1, AKT1.1, EXTETA1.1
Pflanze	
Wasser	

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

K

**Störungen:**

K wird in der Luft/Acetylen-Flamme teilweise ionisiert. Diese Störung kann durch Zusatz von CsCl beseitigt werden.

Anhang:	Lit.:
Anhang I: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
K	Kges	AAS(FI)	KKgesAAS2.1	KAAS4	2

### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

### Chemikalien:

Cäsiumchlorid: CsCl (p.a.)

### Lösungen:

ca. 50 % ige CsCl-Lösung: 50 g CsCl in 100 ml-Kolben einwiegen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 100 ml auffüllen

### Eichung/Standards:

#### Stammlösungen:

K: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 1 g/l K

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l K
S1:	0,5 mg/l K
S2:	1,0 mg/l K
S3:	2,0 mg/l K
S4:	4,0 mg/l K
S5:	6,0 mg/l K

Kontrollstandards	
AKe-Proben:	
K8:	0,50 mg/l K
K9:	3,00 mg/l K

Extinktions-Sollwert bei S1 (0,50 mg/l): 0,150

Alle Standards müssen statt mit H<sub>2</sub>O demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden.

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
K	Kges	AAS(FI)	KKgesAAS2.1	KAAS4	3

### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (Siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung sollte mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

Alle Standards, der Blank und die Proben müssen vor der Messung mit 50% iger CsCl-Lösung im Verhältnis 1:200 versetzt werden (500 µl CsCl-Lösung auf 100 ml Blank oder Standard; 100 µl CsCl-Lösung auf 20 ml Probe).

Achtung: es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu beheben.

Achtung: bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

Achtung: die NH<sub>4</sub>Cl-Lösung für AKe-Bestimmungen hat einen hohen K-Blindwert. Daher müssen die Standards mit der Lösung aus der jeweiligen Versuchsreihe aufgefüllt werden.

### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen K-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Datenname	KAAS21.DOC	von Hand eingetrag.	--	Gratik einkl.	--
-----------	------------	---------------------	----	---------------	----



Anhang Nr. **1** für **Mg** **Mgges** **AAS(FI)** **MgMggesAAS1.1**

Methodenparameter Varian SpectraAA 300 (400) / 40

METHOD			Index Seite 3
PROGRAMM ID.	ELEMENT	MATRIX	
	Mg	MgMggesAAS1.1	
INSTRUMENT MODE	ABSORBANCE		
CALIBRATION MODE	CONCENTRATION		
MEASUREMENT MODE	INTEGRATION		

INSTRUMENT PARAMETERS			Index Seite 4
LAMP POSITION	4 / 4		
LAMP CURRENT (mA)	10		
SLIT WIDTH (nm)	0.5		
SLIT HEIGHT	NORMAL		
WAVELENGTH (nm)	285.2		
FLAME	N2O-ACETYLEN		
SAMPLE INTRODUCTION	AUTO NORMAL		
REPLICATES	3		
MEASUREMENT TIME (sec)	1.5		
DELAY TIME (sec)	8		
BACKGROUND CORRECTION	OFF		

SAMPLE CHANGER			Index Seite 7
RINSE RATE	1		
RINSE TIME	5.0		
RECALIBRATION RATE	23		
RESLOPE RATE	0		

STANDARDS			Index Seite 8
STANDARD 1	0.50		
STANDARD 2	1.00		
STANDARD 3	2.00		
STANDARD 4	3.00		
STANDARD 5	4.00		
CONCENTRATION UNITS	mg/l		
RESLOPE STANDARD NO.	1		

REPORT FORMAT			Index Seite 12/13
OPERATOR	Name der BedienerIn		
DATE	Datum		
BATCH NAME	Serien Nr. (z.B. W40A91)		
FORMAT	SEQUENTIAL		
DATA PRINTED	EACH READING		
PRINT	DURING RUN		
INSTRUMENT STATUS	YES		
NOTES	NO		
CALIBRATION RESULTS	YES		
CALIBRATION GRAPH	YES		
SAMPLE LABELS	YES		
LINES PER REPORT PAGE	72		

Mg

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mg	Mgges	AAS(FI)	MgMggesAAS2.1	MgAAS4	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

**MAGNESIUM ges**

Meßbereich: 1,00 - 20,00 mg/l (a) / 0,01 - 2,00 mg/l (b)

geeignet für:

Boden	AKE1.1, EXTEDTA1.1, AKT1.1
Pflanze	
Wasser	

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

Mg

**Störungen:**

Mg bildet in der Flamme Aluminate, Phosphate und Oxide. Diese chemischen Interferenzen können unterdrückt werden durch Lanthan-Zusatz.

Anhang:	Lit.:
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mg	Mgges	AAS(FI)	MgMggesAAS2.1	MgAAS4	2

### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

### Chemikalien:

Lanthanchlorid:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

### Lösungen:

Lanthan-Lösung: 133,7 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  werden mit  $\text{H}_2\text{O}$  demin auf 1000 ml aufgefüllt.

### Eichung/Standards:

#### Stammlösungen:

Mg: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit  $\text{H}_2\text{O}$  bidemin. auf 1 l auffüllen  
 $\Rightarrow 1 \text{ g/l Mg}$

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
a.) 202,6 nm	b.) 285,2 nm
Blank: 0,0 mg/l Mg	0,0 mg/l Mg
S1: 2,0 mg/l Mg	0,2 mg/l Mg
S2: 5,0 mg/l Mg	0,5 mg/l Mg
S3: 10,0 mg/l Mg	1,0 mg/l Mg
S4: 15,0 mg/l Mg	1,5 mg/l Mg
S5: 20,0 mg/l Mg	2,0 mg/l Mg

#### Mehrelementbestimmung:

Ca	Mg
[mg/l]	[mg/l]
0,0	0,0
2,0	2,0
5,0	5,0
10,0	10,0
15,0	15,0
20,0	20,0

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8:	2,00 mg/l Mg
K9:	12,00 mg/l Mg

Extinktions-Sollwert bei S1 a.) (2,00 mg/l): 0,090  
 b.) (0,20 mg/l): 0,330

Alle Standards müssen statt mit  $\text{H}_2\text{O}$  demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden.

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Mg

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mg	Mgges	AAS(FI)	MgMggesAAS2.1	MgAAS4	3

### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung muß mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

Alle Standards, der Blank und die Proben müssen vor der Messung mit Lanthanlösung im Verhältnis 1:20 versetzt werden (5 ml Lanthanlösung auf 100 ml Blank oder Standard; 1 ml Lanthanlösung auf 20 ml Probe).

**Achtung:** es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu vermeiden.

**Achtung:** bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Mg-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Mg

Datensatz	MGAAS21.DOR	von Hand eingetragen	...	grafik einl	...
-----------	-------------	----------------------	-----	-------------	-----



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Fe	Feges	AAS(FI)	FeFegesAAS2.1	FeAAS4	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

#### Chemikalien:

keine

#### Lösungen:

keine

#### Eichung/Standards:

##### Stammlösungen:

Fe: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 1 g/l Fe

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l Fe
S1:	2,0 mg/l Fe
S2:	4,0 mg/l Fe
S3:	8,0 mg/l Fe
S4:	12,0 mg/l Fe
S5:	16,0 mg/l Fe

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8	2,0 mg/l Fe
K9	12,0 mg/l Fe

Extinktions-Sollwert bei S1 (2,0 mg/l): 0,140

Alle Standards müssen statt mit H<sub>2</sub>O demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden!

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Fe	Feges	AAS(FI)	FeFegesAAS2.1	FeAAS4	3

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung sollte mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

**Achtung:** es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu vermeiden.

**Achtung:** bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Fe-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen.

Fe

Fe



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+PHM1.1	pH_ISE	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

pH-Meter 654 Metrohm oder pH-Meter 523 WTW mit Einstabmeßkette (z.B. Ingold Standard oder Mikroausführung) und Temperaturfühler  
 Bechergläser mit ca. 2 cm Durchmesser (25 ml) oder Reagenzgläser für MikroEinstabmeßkette

#### Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)  
 Pufferlösungen: pH 4,0, 5,0, 6,0, 7,0, 9,0 Merck  
 Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig von z.B. Ingold  
 evtl. Elektrolytlösung AgCl-haltig für die Einstabmeßkette

#### Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1-l-Kolben eingewogen und mit H<sub>2</sub>O demin. auf 1 l aufgefüllt.

#### Eichung/Standards:

##### Einzelbestimmung:

Eichstandards	
Puffer	pH 7,0
Puffer	pH 4,0

##### Mehrelementbestimmung:

Kontrollstandards:	
Puffer	pH 5,0
Puffer	pH 6,0
Puffer	pH 9,0

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in den Gerätekurzanleitungen PHM1.1 und PHM2.1 beschrieben.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen pH-Werte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Datename	HHPHM1.1.DOC	von Hand eintragen	Grafik einkl.
----------	--------------	--------------------	---------------

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+(0-5)PHM1.1	pH_ISE	1

#### Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

### p H - W E R T

Meßbereich: 1,00 - 14,00

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1, NMin1.1, BNK1.1, AKel1.1, pHH2O1.1, pHKCl1.1, pHCaCl2/0.01/1.1
Pflanze	AKH1.1, NMin1.1
Wasser	ANULL

#### Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus der H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration:  

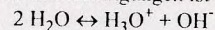
$$\text{pH} = -\log(\text{H}^+ \text{-Ionenkonzentration [mol/l]})$$

Diese Definition gilt für sehr verdünnte Lösungen, bei nicht ideal verdünnten Lösungen hängt der pH-Wert wie folgt von der H<sup>+</sup>-Ionenaktivität ab:

$$\text{pH} = -\log \frac{a_{\text{H}^+}}{a_{\text{H}^+}}$$

In "reinem" Wasser beträgt die H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration 10<sup>-7</sup> mol/l, d.h. der pH-Wert ist 7.

Unter diesen Bedingungen ist die OH<sup>-</sup>-Konzentration gleich der H<sup>+</sup>-Konzentration:



Hieraus ergibt sich das Ionenprodukt des Wassers:

$$10^{-14} [\text{mol/l}]^2 = \text{H}^+ [\text{mol/l}] \cdot \text{OH}^- [\text{mol/l}] \quad \text{oder} \quad \text{pH} + \text{pOH} = 14$$

In wässrigen verdünnten Lösungen liegt der pH-Wert demnach zwischen 0 und 14.

Die Messung der H<sup>+</sup>-Konzentration erfolgt potentiometrisch, d.h. es wird die Kettenspannung U zwischen zwei Elektroden gemessen. Hierbei handelt es sich um eine Bezugselektrode mit konstantem Potential (in der Regel eine Ag/AgCl-Elektrode) und einer Glaselektrode deren Potential von der H<sup>+</sup>-Konzentration in der Lösung abhängig ist. Die Messung erfolgt stromlos (hoher Innenwiderstand des Meßgerätes), sodaß keine elektrolytischen Reaktionen in der Lösung ablaufen können.

#### Störungen:

- Partikel in der Probe (Boden-, Humussuspensionen) stören das Potential der Elektrode, insbesondere wenn die Elektrode bewegt wird.
- Hohe Natriumkonzentrationen führen zu falschen Meßwerten. Fette, Öle und Eiweißstoffe belegen das Diaphragma und behindern so die Potentialeinstellung.
- Bei Proben mit pH-Werten über 5 kann sich während der Messung CO<sub>2</sub> in der Probe lösen wodurch der pH-Wert ansteigt.
- Bei Proben mit einer Leitfähigkeit unter 100 µS/cm erfolgt die Potentialeinstellung langsamer und die Potentialeinstellung wird durch Bewegungen der Elektrode stark gestört.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Gerätekurzanleitung: PHM1.1, PHM2.1	H. Christen: Lehrbuch der anorg. Chemie Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser- und Schlammuntersuchung pH-Messung - Grundlagen und Probleme, Fa. Ingold



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+(0-5)PHM1.1	pH_ISE	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

pH-Meter 654 Metrohm oder pH-Meter 523 WTW mit Einstabmeßkette (z.B. Ingold Standard oder Mikroausführung) und Temperaturfühler  
Bechergläser mit ca. 2 cm Durchmesser (25 ml) oder Reagenzgläser für Mikroinstabmeßkette

#### Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)  
Pufferlösungen: pH 4,0, 5,0, 6,0, 7,0, 9,0 Merck  
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig von z.B. Ingold  
evtl. Elektrolytlösung AgCl-haltig für die Einstabmeßkette

#### Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1-l-Kolben eingewogen und mit H<sub>2</sub>O demin. auf 1 l aufgefüllt.

#### Eichung/Standards:

##### Einzelbestimmung:

Eichstandards	
Puffer	pH 7,0
Puffer	pH 4,0

##### Kontrollstandards:

Puffer	pH 5,0
Puffer	pH 6,0
Puffer	pH 9,0

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in den Gerätekurzanleitungen PHM1.1 und PHM2.1 beschrieben.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen pH-Werte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Datename	1105PHM11.DOC	von Hand eingetragen	Graphik erstellt	...
----------	---------------	----------------------	------------------	-----

H

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
H+	H+	pH-Meter	HH+PHM1.2	pH_ISE	1

#### Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.03.1996

### pH - WERT

Meßbereich: 1,00 - 14,00

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1, NMin1.1
Pflanze	NMin1.1
Wasser	ANULL

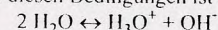
#### Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus der H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration:  
$$\text{pH} = -\log(\text{H}^+ \text{ - Ionenkonzentration } [\text{mol/l}])$$

Diese Definition gilt für sehr verdünnte Lösungen, bei nicht ideal verdünnten Lösungen hängt der pH-Wert wie folgt von der H<sup>+</sup>-Ionenaktivität ab:

$$\text{pH} = -\log \frac{a_{\text{H}^+}}{a_0 \text{H}^+}$$

In "reinem" Wasser beträgt die H<sup>+</sup>-Ionenkonzentration 10<sup>-7</sup> mol/l, d.h. der pH-Wert ist 7.  
Unter diesen Bedingungen ist die OH<sup>-</sup>-Konzentration gleich der H<sup>+</sup>-Konzentration:



Hieraus ergibt sich das Ionenprodukt des Wassers:

$$10^{-14} [\text{mol/l}]^2 = \text{H}^+ [\text{mol/l}] * \text{OH}^- [\text{mol/l}] \quad \text{oder} \quad \text{pH} + \text{pOH} = 14$$

In wässrigen verdünnten Lösungen liegt der pH-Wert demnach zwischen 0 und 14.

Die Messung der H<sup>+</sup>-Konzentration erfolgt potentiometrisch, d.h. es wird die Kettenspannung U zwischen zwei Elektroden gemessen. Hierbei handelt es sich um eine Bezugs elektrode mit konstantem Potential (in der Regel eine Ag/AgCl-Elektrode) und einer Glaselektrode deren Potential von der H<sup>+</sup>-Konzentration in der Lösung abhängig ist. Die Messung erfolgt stromlos (hoher Innenwiderstand des Meßgerätes), sodaß keine elektrolytischen Reaktionen in der Lösung ablaufen können.

#### Störungen:

- Hohe Natriumkonzentrationen führen zu falschen Meßwerten. Fette, Öle und Eiweißstoffe belegen das Diaphragma und behindern so die Potentialeinstellung.
- Bei Proben mit pH-Werten über 5 kann sich während der Messung CO<sub>2</sub> in der Probe lösen wodurch der pH-Wert ansteigt.
- Bei Proben mit einer Leitfähigkeit unter 100 µS/cm erfolgt die Potentialeinstellung langsamer und die Potentialeinstellung wird durch Bewegen der Elektrode stark gestört.

Anhang:	Lit.:
Gerätekurzanleitung: PHM1.1, PHM2.1	H. Christen: Lehrbuch der anorg. Chemie Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser- und Schlammuntersuchung pH-Messung - Grundlagen und Probleme. Fa. Ingold

H



Anhang Nr. **1** für **K** **Kges** **AAS(FI)** **KKgesAAS1.1**

Methodenparameter Varian SpectraAA 300 (400) / 40

METHOD		
PROGRAMM ID.	ELEMENT	MATRIX
	K	KKgesAAS1.1
INSTRUMENT MODE		
	ABSORBANCE	
CALIBRATION MODE		
	CONCENTRATION	
MEASUREMENT MODE		
	INTEGRATION	

Index Seite 3

INSTRUMENT PARAMETERS	
LAMP POSITION	2 / 2
LAMP CURRENT (mA)	6
SLIT WIDTH (nm)	1.0
SLIT HEIGHT	NORMAL
WAVELENGTH (nm)	769.9
FLAME	AIR-ACETYLEN
SAMPLE INTRODUCTION	AUTO NORMAL
REPLICATES	3
MEASUREMENT TIME (sec)	1.5
DELAY TIME (sec)	8
BACKGROUND CORRECTION	OFF

Index Seite 4

SAMPLE CHANGER	
RINSE RATE	1
RINSE TIME	5.0
RECALIBRATION RATE	23
RESLOPE RATE	0

Index Seite 7

STANDARDS	
STANDARD 1	1,00
STANDARD 2	2,00
STANDARD 3	4,00
STANDARD 4	6,00
STANDARD 5	8,00
CONCENTRATION UNITS	mg/l
RESLOPE STANDARD NO.	1

Index Seite 8

REPORT FORMAT	
OPERATOR	Name der BedienerIn
DATE	Datum
BATCH NAME	Serien Nr. (z.B.W40A91)
FORMAT	SEQUENTIAL
DATA PRINTED	EACH READING
PRINT	DURING RUN
INSTRUMENT STATUS	YES
NOTES	NO
CALIBRATION RESULTS	YES
CALIBRATION GRAPH	YES
SAMPLE LABELS	YES
LINES PER REPORT PAGE	72

Index Seite 12/13

K

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
K	Kges	AAS(FI)	KKgesAAS2.1	KAAS4	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

**KALIUM ges**

Meßbereich: 0,02 - 6,00 mg/l

geeignet für:

Boden	AKE1.1, AKT1.1, EXTETA1.1
Pflanze	
Wasser	

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

K

**Störungen:**

K wird in der Luft/Acetylen-Flamme teilweise ionisiert. Diese Störung kann durch Zusatz von CsCl beseitigt werden.

Anhang:	Lit.:
Anhang I: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
K	Kges	AAS(FI)	KKgesAAS2.1	KAAS4	2

### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

### Chemikalien:

Cäsiumchlorid: CsCl (p.a.)

### Lösungen:

ca. 50 % ige CsCl-Lösung: 50 g CsCl in 100 ml-Kolben einwiegen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 100 ml auffüllen

### Eichung/Standards:

#### Stammlösungen:

K: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 1 g/l K

K

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l K
S1:	0,5 mg/l K
S2:	1,0 mg/l K
S3:	2,0 mg/l K
S4:	4,0 mg/l K
S5:	6,0 mg/l K

#### Mehrelementbestimmung:

Na [mg/l]	K [mg/l]	Mn [mg/l]	Al [mg/l]	Fe [mg/l]
0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
0,5	0,5	1,0	10,0	2,0
1,0	1,0	2,0	20,0	4,0
2,0	2,0	4,0	40,0	8,0
3,0	4,0	6,0	60,0	12,0
4,0	6,0	8,0	80,0	16,0

Extinktions-Sollwert bei S1 (0,50 mg/l): 0,150

Alle Standards müssen statt mit H<sub>2</sub>O demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden.

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
K	Kges	AAS(FI)	KKgesAAS2.1	KAAS4	3

### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (Siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung sollte mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

Alle Standards, der Blank und die Proben müssen vor der Messung mit 50% iger CsCl-Lösung im Verhältnis 1:200 versetzt werden (500 µl CsCl-Lösung auf 100 ml Blank oder Standard; 100 µl CsCl-Lösung auf 20 ml Probe).

Achtung: es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu beheben.

Achtung: bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

K

Achtung: die NH<sub>4</sub>Cl-Lösung für AKe-Bestimmungen hat einen hohen K-Blindwert. Daher müssen die Standards mit der Lösung aus der jeweiligen Versuchsreihe aufgefüllt werden.

### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen K-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.



Anhang Nr. **1** für **Mg** **Mgges** **AAS(FI)** **MgMggesAAS1.1**

Methodenparameter Varian SpectraAA 300 (400) / 40

METHOD			Index Seite 3
PROGRAMM ID.	ELEMENT	MATRIX	
	Mg	MgMggesAAS1.1	
INSTRUMENT MODE	ABSORBANCE		
CALIBRATION MODE	CONCENTRATION		
MEASUREMENT MODE	INTEGRATION		

INSTRUMENT PARAMETERS			Index Seite 4
LAMP POSITION	4 / 4		
LAMP CURRENT (mA)	10		
SLIT WIDTH (nm)	0.5		
SLIT HEIGHT	NORMAL		
WAVELENGTH (nm)	285.2		
FLAME	N2O-ACETYLEN		
SAMPLE INTRODUCTION	AUTO NORMAL		
REPLICATES	3		
MEASUREMENT TIME (sec)	1.5		
DELAY TIME (sec)	8		
BACKGROUND CORRECTION	OFF		

SAMPLE CHANGER			Index Seite 7
RINSE RATE	1		
RINSE TIME	5.0		
RECALIBRATION RATE	23		
RESLOPE RATE	0		

STANDARDS			Index Seite 8
STANDARD 1	0.50		
STANDARD 2	1.00		
STANDARD 3	2.00		
STANDARD 4	3.00		
STANDARD 5	4.00		
CONCENTRATION UNITS	mg/l		
RESLOPE STANDARD NO.	1		

REPORT FORMAT			Index Seite 12/13
OPERATOR	Name der BedienerIn		
DATE	Datum		
BATCH NAME	Serien Nr. (z.B. W40A91)		
FORMAT	SEQUENTIAL		
DATA PRINTED	EACH READING		
PRINT	DURING RUN		
INSTRUMENT STATUS	YES		
NOTES	NO		
CALIBRATION RESULTS	YES		
CALIBRATION GRAPH	YES		
SAMPLE LABELS	YES		
LINES PER REPORT PAGE	72		

Mg

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mg	Mgges	AAS(FI)	MgMggesAAS2.1	MgAAS4	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

**MAGNESIUM ges**

Meßbereich: 1,00 - 20,00 mg/l (a) / 0,01 - 2,00 mg/l (b)

geeignet für:

Boden	AKE1.1, EXTEDTA1.1, AKT1.1
Pflanze	
Wasser	

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

Mg

**Störungen:**

Mg bildet in der Flamme Aluminate, Phosphate und Oxide. Diese chemischen Interferenzen können unterdrückt werden durch Lanthan-Zusatz.

Anhang:	Lit.:
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(FI)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mg	Mgges	AAS(FI)	MgMggesAAS2.1	MgAAS4	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

#### Chemikalien:

Lanthanchlorid:  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

#### Lösungen:

Lanthan-Lösung: 133,7 g  $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  werden mit  $\text{H}_2\text{O}$  demin auf 1000 ml aufgefüllt.

#### Eichung/Standards:

##### Stammlösungen:

Mg: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit  $\text{H}_2\text{O}$  bidemin. auf 1 l auffüllen  
 $\Rightarrow$  1 g/l Mg

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
a.) 202,6 nm	b.) 285,2 nm
Blank: 0,0 mg/l Mg	0,0 mg/l Mg
S1: 2,0 mg/l Mg	0,2 mg/l Mg
S2: 5,0 mg/l Mg	0,5 mg/l Mg
S3: 10,0 mg/l Mg	1,0 mg/l Mg
S4: 15,0 mg/l Mg	1,5 mg/l Mg
S5: 20,0 mg/l Mg	2,0 mg/l Mg

#### Mehrelementbestimmung:

Ca	Mg
[mg/l]	[mg/l]
0,0	0,0
2,0	2,0
5,0	5,0
10,0	10,0
15,0	15,0
20,0	20,0

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8:	2,00 mg/l Mg
K9:	12,00 mg/l Mg

Extinktions-Sollwert bei S1 a.) (2,00 mg/l): 0,090  
 b.) (0,20 mg/l): 0,330

Alle Standards müssen statt mit  $\text{H}_2\text{O}$  demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden.

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Mg

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mg	Mgges	AAS(FI)	MgMggesAAS2.1	MgAAS4	3

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung muß mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

Alle Standards, der Blank und die Proben müssen vor der Messung mit Lanthanlösung im Verhältnis 1:20 versetzt werden (5 ml Lanthanlösung auf 100 ml Blank oder Standard; 1 ml Lanthanlösung auf 20 ml Probe).

**Achtung:** es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch stark salzhaltige Lösungen (z.B. AKe) zu vermeiden.

**Achtung:** bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Mg-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Mg

Datensatz	MGAAS21.DOR	von Hand eingetragen	...	grafik einl	...
-----------	-------------	----------------------	-----	-------------	-----



Anhang Nr. **1** für **Mn** **Mnges** **AAS(Fl)** **MnMngesAAS1.1**

Methodenparameter Varian SpectrAA 300 (400) / 40

METHOD		
PROGRAMM ID.	ELEMENT	MATRIX
	Mn	MnMngesAAS1.1
INSTRUMENT MODE	ABSORBANCE	
CALIBRATION MODE	CONCENTRATION	
MEASUREMENT MODE	INTEGRATION	

Index Seite 3

INSTRUMENT PARAMETERS	
LAMP POSITION	1 / 1
LAMP CURRENT (mA)	8
SLIT WIDTH (nm)	0.2
SLIT HEIGHT	NORMAL
WAVELENGTH (nm)	279.5
FLAME	AIR-ACETYLEN
SAMPLE INTRODUCTION	AUTO NORMAL
REPLICATES	3
MEASUREMENT TIME (sec)	1.5
DELAY TIME (sec)	8
BACKGROUND CORRECTION	OFF

Index Seite 4

SAMPLE CHANGER	
RINSE RATE	1
RINSE TIME	5.0
RECALIBRATION RATE	23
RESLOPE RATE	0

Index Seite 7

STANDARDS	
STANDARD 1	1,00
STANDARD 2	2,00
STANDARD 3	4,00
STANDARD 4	6,00
STANDARD 5	8,00
CONCENTRATION UNITS	mg/l
RESLOPE STANDARD NO.	1

Index Seite 8

REPORT FORMAT	
OPERATOR	Name der BedienerIn
DATE	Datum
BATCH NAME	Serien Nr. (z.B. W40A91)
FORMAT	SEQUENTIAL
DATA PRINTED	EACH READING
PRINT	DURING RUN
INSTRUMENT STATUS	YES
NOTES	NO
CALIBRATION RESULTS	YES
CALIBRATION GRAPH	YES
SAMPLE LABELS	YES
LINES PER REPORT PAGE	72

Index Seite 12/13

Mn

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mn	Mnges	AAS(Fl)	MnMngesAAS2.1	MnAAS4	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.01.1989

**M A N G A N** ges

Mebbereich: 0,02 - 8,00 mg/l

geeignet für:

Boden	AKEL1.1, AKT1.1, EXTETA1.1
Pflanze	
Wasser	

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme auf ca. 2300 °C erhitzt. Dadurch wird ein möglichst großer Teil des zu bestimmenden Elements in den atomaren Zustand überführt. Mit einer Hohlkathodenlampe wird Element-spezifisches Licht erzeugt und durch die Flamme geführt. Die Atome im Grundzustand können dieses Licht einer spezifischen Wellenlänge absorbieren und gehen für kurze Zeit in einen angeregten Zustand über. Aus der Messung der Intensitäten des eingestrahnten und des um die absorbierte Lichtmenge reduzierten, austretenden Lichts kann auf die Elementkonzentration in der Lösung geschlossen werden.

Mn

**Störungen:**

keine

Anhang:	Lit.:
Anhang I: Methodenparameter Kurzanleitung AAS(Fl)1.1 - 2.1	Ber. Forschungszentrum Waldökosysteme: 1) Band 8, 1985 2) Band 13, Reihe B, 1989 B. Welz: Atomabsorptionsspektroskopie, Weinheim, 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mn	Mnges	AAS(FI)	MnMngesAAS2.1	MnAAS4	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

Atomabsorptionsspektrometer Varian SpectrAA 300/400 oder 40  
 Probengeber PSC 56  
 Mischkammer Mark VI mit Mischflügel; Luft/Acetylen-Brennerkopf

#### Chemikalien:

keine

#### Lösungen:

keine

#### Eichung/Standards:

##### Stammlösungen:

Mn: Titrisol-Ampulle in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 1 g/l Mn

Haltbarkeit: --

#### Einzelbestimmung:

Standardreihe	
Blank:	0,0 mg/l Mn
S1:	1,0 mg/l Mn
S2:	2,0 mg/l Mn
S3:	4,0 mg/l Mn
S4:	6,0 mg/l Mn
S5:	8,0 mg/l Mn

#### Kontrollstandards

AKe-Proben:	
K8:	1,00 mg/l Mn
K9:	6,00 mg/l Mn

Extinktions-Sollwert bei S1 (1,0 mg/l): 0,180

Alle Standards müssen statt mit H<sub>2</sub>O demin. mit den jeweiligen Extraktionslösungen aufgefüllt werden!

Die Standards für die Mehrelementbestimmung bei AKe-Lösungen werden als Misch-Standards aus den einzelnen Stammlösungen (1g/l) für die jeweiligen Elemente in 100 ml-Meßkolben angesetzt.

Mn

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Mn	Mnges	AAS(FI)	MnMngesAAS2.1	MnAAS4	3

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1 beschrieben. Die Methodenparameter, die in das AAS-Gerät eingegeben werden müssen, sind in Anhang 1 zusammengestellt.

Die Gasströmungen sollten zum Zünden auf ca. 4,0 Skt. Luft und 1,8 Skt. Acetylen (oxydierend) eingestellt werden. Danach muß die genaue Gaszusammensetzung durch Feinoptimierung mit einem Standard eingestellt werden (siehe Kurzanleitung AAS(FI)1.1-2.1). Die Feinoptimierung muß mit einem wässrigen Standard (S3) durchgeführt werden.

**Achtung:** es ist ratsam, des öfteren Brennerkopf, Zerstäuber und Mischkammer zu reinigen, um Verunreinigungen und Verstopfungen durch die stark salzhaltigen Lösungen zu beheben.

**Achtung:** bei unregelmäßig brennender Flamme sollte der Brennerkopf am Abend nach mechanischer Vorreinigung mit der Varian-Reinigungskarte 10 min. ins Ultraschallbad gelegt werden!

#### Auswertung/Datendokumentation:

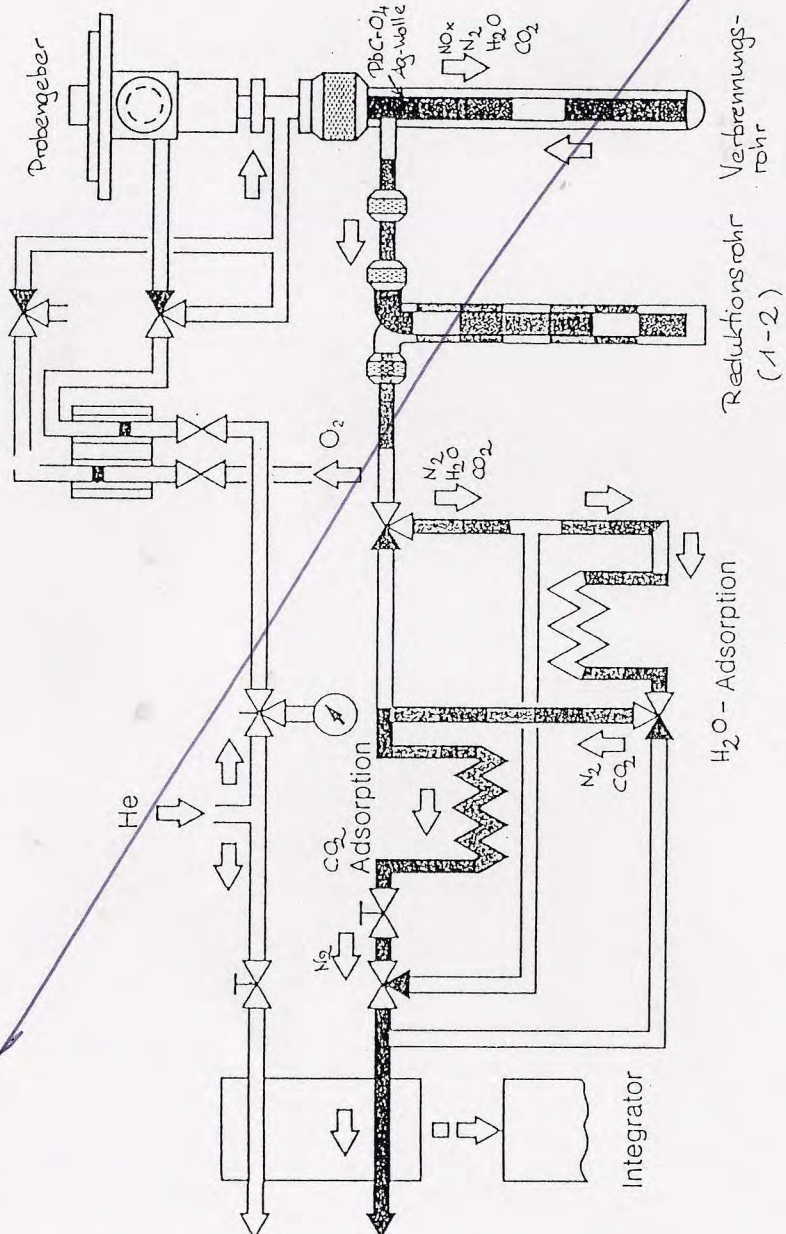
Die gemessenen Mn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Mn

Datenname	MNAAS21.DOC	von Hand eingetragene	grafik.cmk1
-----------	-------------	-----------------------	-------------



Flußdiagramm CHN-Rapid:



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	Nges	CNS	NNgesCNS1.2	N OXG1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.1995

STICKSTOFF ges

Meßbereich: N: 0,05 mg abs.

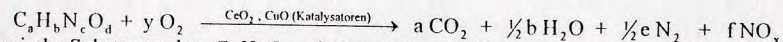
geeignet für:

Boden	ATNULL
Pflanze	ATNULL
Wasser	

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

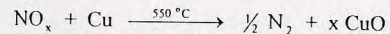
Der Aufschluß der Probe (Pflanzenmaterial, Bodenmaterial) erfolgt durch Verbrennung im Sauerstoffstrom bei Temperaturen zwischen 950 und 1050 °C. Die Proben werden in Zinnschiffchen dem Verbrennungsrohr zugeführt. Bei der Verbrennung des Zinns entstehen in unmittelbarer Nähe der Probe kurzfristig Temperaturen von 1600-1800 °C, wodurch auch schwer verbrennbare Substanzen quantitativ aufgeschlossen werden. Bei der Oxidation der C- und N-haltigen Verbindungen entstehen folgende Stoffe:

Verbrennungsrohr:



Da organische Substanz neben C, H, O und N auch S sowie Halogene enthält, entstehen neben den oben aufgeführten Verbindungen, flüchtige Halogen- und Schwefelverbindungen die an Silberwolfe bzw. Bleichromat gebunden werden und so aus dem Gasstrom entfernt werden. Als Trägergas wird Helium verwendet, da es keine Reaktionen eingeht. Anschließend wird überschüssiger Sauerstoff aus dem Gasstrom entfernt und Stickoxide zu Stickstoff reduziert.

Reduktionsrohr:



Das aus Stickstoff, Wasser, Kohlendioxid und Helium bestehende Gasgemisch wird nach Verlassen des Reduktionsrohres einem Trennsystem zugeführt.

Wasser wird in einem mit Magnesiumperchlorat und Sicapent (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) gefüllten U-Rohr gebunden. Das Kohlendioxid wird in einer mit Silicagel gefüllten Kupfersäule gebunden. Der verbliebene Stickstoff tritt in die Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle ein. Nach Beendigung der Stickstoffmessung wird die Kupfersäule auf ca. 85 °C aufgeheizt, das Kohlendioxid dabei ausgetrieben und zur Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle transportiert.

Störungen: keine

Anhang:	Lit.:
Anhang 1: Gasflußdiagramm Gerätekurzanleitung CNS1.1 Gerätekurzanleitung CNS-DV1.1	Betriebsanleitung für CHN-Rapid Heraeus G. Weser, CHN-Elementaranalyse im Halb- mikromaßstab, Heraeus-Sonderdruck 1983 Smith, Soil Analysis 1983



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	Nges	CNS	NNgesCNS1.2	N OXG1	2

### Analysengeräte und Zubehör:

CHN-O-RAPID Elementaranalysator  
 Mehrkanalschreiber  
 Analysenwaage Sartorius M5P oder Sartorius Typ 4431  
 Zinnschiffchen von Heraeus (klein für Pflanzenproben; groß für Bodenproben)  
 Pinzette mit flachen Backen ca. 4 mm  
 Blasenähler, Seifenblasenströmungsmesser für die Dichtigkeitsprüfung

### Chemikalien:

Acetanilid (p.a.) Merck Nr. 1.00011  
 Bleichromat gesintert 0,8-2,0 mm (p.a.) Merck Nr. 7512  
 Sicapent: P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> mit Feuchteindikator Merck Nr. 570  
 Magnesiumperchlorat granuliert (p.a.) Merck Nr. 5874  
 Cerdioxid 1-2 mm granuliert (p.a.) Merck Nr. 2263  
 Ag-Wolle (Heraeus)  
 Quarzwolle  
 NaOH 0,8-1,6 mm granuliert Merck Nr. 1567

### Lösungen:

keine

### Eichung/Standards:

#### Eichsubstanz:

Acetanilid (N-Gehalt: 10,36 %)

#### 1. Grundeichung:

Nach Veränderungen am Gerät wie z.B. neue Öfen, andere Abschaltswelle, Lufteintritt in die Meßzelle, sowie bei der Erstinbetriebnahme des Gerätes muß eine Grundeichung durchgeführt werden.

Die Messung der Eichsubstanzen erfolgt unter dem Geräteprogrammteil "automatisches Eichen". Es werden ca. 49 Acetanilidproben mit Einwaagen zwischen ca. 0.05 und 7.0 mg gemessen (aufsteigende oder absteigende Einwaagen).

Die ersten 5-6 Proben sollten Einlaufproben (Acetanilid) mittlerer Einwaage sein, die bei der Eichung nicht berücksichtigt werden.

Die Auswertung erfolgt über eine Regressionsanalyse. Die Eichkurve wird durch ein Polynom 4ten Grades beschrieben.

N

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	Nges	CNS	NNgesCNS1.2	N OXG1	3

### 2. Bestimmung des Tagesfaktors:

Vor der Messung (täglich) werden 5 Proben Acetanilid (ca. 5 - 6 mg Einwaage) gemessen. Aus den letzten drei Werten dieser Proben wird der Tageskorrekturfaktor ermittelt. Bei Beginn der Messung wird der Tageskorrekturfaktor mit 1 bzw. dem Wert der vorangegangenen Messung angegeben. Der Tagesfaktor dient der Parallelverschiebung der Eichkurve, da sich die Meßbedingungen ändern können (Luftdruckschwankungen, Temperaturänderung etc.). Der Tagesfaktor sollte zwischen 0,950-1,050 liegen.

Tageskorrekturfaktor:

$$F = \frac{N - \text{Gehalt (theoretisch)}}{N - \text{Gehalt (Mittelwert, gemessene Werte)}}$$

### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung CNS1.1 beschrieben.

### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen N-Gehalte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm CN-Editor bearbeitet (s. Kurzanleitung CNS-DVI.1).

N



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP1.1	PICP1	1

**Elementbestimmungsmethode:**

Datum: 01.10.1990

### PHOSPHOR ges

**Messbereich:** 0,10 - 7,0 mg/l

geeignet für:

Boden	GBL1.1, EXT1:2H2O1.1, DAN1.1
Pflanze	DAN1.1, DAN2.1
Wasser	ANULL

**Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:**

Die Probelösung wird in einem induktiv gekoppelten Hochfrequenz-Plasma, das aus ionisiertem Argon besteht, auf bis zu 8000 °C erhitzt. Dadurch werden die zu bestimmenden Elemente in einen angeregten atomaren Zustand überführt und emittieren Licht spezifischer Wellenlängen. Das emittierte Licht wird über ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den Element-spezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit verschiedenen Photozellen gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standard-Lösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden.

P

**Störungen:**

keine

<i>Anhang:</i>	<i>Lit.:</i>
Anhang 1: Geräteparameter für Methode PS Sammelanhang S1.1-S5.1: Geräteparameter für verschiedene Methoden Kurzanleitung ICP1.1 Kurzanleitung ICP-DV1.1	Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP1.1	PICP1	2

#### Analysengeräte und Zubehör:

Polyscan 61E der Fa. Thermo Instrument Systems  
 Probengeber TJA 300  
 Rechner mit Software Thermospec  
 Low-Flow/High-Flow-Fackel mit Cross-Flow-Zerstäuber

#### Chemikalien:

Salpetersäure: HNO<sub>3</sub> (65 %), p.a.

#### Lösungen:

Spülsäure: 10 ml konz. HNO<sub>3</sub> werden mit H<sub>2</sub>O demin. auf 1 l aufgefüllt

#### Eichung/Standards:

##### Stammlösungen:

P: Titrisol-Ampulle PO<sub>4</sub> in 1 l-Kolben füllen und mit H<sub>2</sub>O bidemin. auf 1 l auffüllen  
 ⇒ 0,326 g P/l

P, Na, K, Mn, Fe, Mg, Al, Ca, Cu, Zn, und S: Titrisol-Ampullen für PO<sub>4</sub>, Ca, Na, K, Mn, Fe, Mg und Al in einen 2 l-Kolben geben. Dazu werden je 100 ml einer 1 g/l-Lösung für Cu und Zn sowie 100 ml einer 8,015 g/l S enthaltenden Lösung (0,5 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) gegeben. Mit H<sub>2</sub>O demin. auf 2 l auffüllen.  
 ⇒ 0,5 g/l Al, Na, K, Mn, Fe, Mg und Ca, 0,05 g/l Cu und Zn, 0,163 g/l P und 0,401 g/l S

#### Einzelbestimmung / Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S1.1-S5.1), für die verschiedenen Methoden verwendet:

Standards	
Blank:	0,00 mg/l P
ICP10:	3,26 mg/l P

Kontrollstandards	
wässrige Proben: (ANULL, GBL, EXTH2O)	
K2	3,26 mg/l P
salpetersaure Aufschlußl.: (DAN1, DAN2, PS)	
K1	3,26 mg/l P

P

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP1.1	PICP1	3

Methoden:	ANULL GBL EXTH2O DAN1 DAN2 PS
Linie:	P
Wellenlänge:	178,287
Meßbereich [mg/l]:	0,1 - 6,52
Standards:	Blank ICP10
Bemerkungen:	/

Bei wässrigen Proben (ANULL, GBL, EXTH2O) werden der Blank und die Standards in Wasser angesetzt und sowohl Proben als auch Standards im Verhältnis 1:100 mit konz. HNO<sub>3</sub> versetzt (1 ml auf 100 ml Standard, 80 µl auf 8 ml Probe). Bei salpetersauren Aufschlußlösungen (DAN1, DAN2, PS) werden die Standards in 0,65 %-iger HNO<sub>3</sub> angesetzt.

#### Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP1.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden im ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens aufgerufen. Sie sind in den Sammelanhängen S1.1-S5.1 und im Anhang 1 zusammengestellt.

**Achtung:** Bei schlecht filtrierten, huminstoffreichen Lösungen kommt es leicht zu Verstopfungen im Ansaugschlauch sowie zu Verschleppungen im Ansaugschlauch und der Mischkammer. In solchen Fällen müssen der Ansaugschlauch gründlich mit Säure gespült und die Mischkammer zerlegt und gereinigt werden.

#### Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm ICPUNKER (siehe Kurzanleitung ICP-DV1.1) bearbeitet.

P

Datename	PICP11.DOC	von Hand eintragen	Grafik enkl.	Anhang 1
----------	------------	--------------------	--------------	----------