

**Berichte des Forschungszentrums Waldökosysteme, Band 80,
2012**

**Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungs- und
Qualitätskontrollmethoden des Umweltanalytik-Labors der
Nordwestdeutschen Forstlichen Versuchsanstalt**

**3. Ergänzung: 1999 - 2011
Teil 2: Elementbestimmungsmethoden und Qualitätskontrollmethoden**

von

Nils König und Heike Fortmann

Göttingen 2012

Inhaltsübersicht Band 79 - 81:

Band 79:

Probenvorbereitungsmethoden und Untersuchungsmethoden

Band 80:

Elementbestimmungsmethoden und Qualitätskontrollmethoden

Band 81:

Gerätekurzanleitungen

Inhalt Band 80:

Inhaltsübersicht Band 79 – 81	3
Inhalt Band 80	3
Vorwort	5
Danksagung	6
Allgemeiner Aufbau der Probenvorbereitungsmethoden	7
Allgemeiner Aufbau der Untersuchungsmethoden	7
Allgemeiner Aufbau der Qualitätskontrollmethoden	9
Allgemeiner Aufbau der Elementbestimmungsmethoden	9
Liste der Probenvorbereitungsmethoden	15
Liste der Untersuchungsmethoden	16
Liste der Qualitätskontrollmethoden	19
Liste der Elementbestimmungsmethoden	20
Qualitätskontrollmethoden Festproben	31
Qualitätskontrollmethoden Lösungen	43
Elementbestimmungsmethoden	77
Sammelanhänge	263

Vorwort

Bei Inbetriebnahme des Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt im Jahre 1989 wurde von der Laborleitung entschieden, alle verwendeten Methoden gut zu dokumentieren und auch eventuell nötige Änderungen oder Verbesserungen stets festzuhalten. Dass dieser gute Vorsatz in der Praxis eines Routinelabors nicht immer leicht zu erfüllen ist, können die Kolleginnen und Kollegen anderer Labors sicher gut nachvollziehen. Fragt man nämlich bei anderen Labors einmal nach Details einer verwendeten Methode, so liegen oft nur veraltete Methodenbeschreibungen und Handaufzeichnungen beim Laborpersonal vor. Detaillierte Methoden-Veröffentlichungen sind relativ selten.

Mit Einführung des Laborproben-Informationssystems LAPIS wurde entschieden, zu jedem Einzelanalysen-Wert ein Methoden-Code abzuspeichern, um auch nach vielen Jahren noch nachvollziehen zu können, mit welcher Methode, welchem Analysegerät und nach welcher Probenvorbereitung und -Behandlung der Analysenwert ermittelt wurde. Mit Hilfe des Methoden-Codes konnten auch kleinere Änderungen an einer Methode dokumentiert werden, was sich sehr bald als sinnvoll und nötig erwies. So sind zum Beispiel innerhalb von 6 Jahren allein 9 verschiedene oder geänderte Nitrat-Bestimmungsmethoden verwendet worden, mit denen zum Teil nicht voll vergleichbare Daten gemessen wurden, wie sich später herausstellte.

1994 haben wir begonnen, zu jedem Methoden-Code eine vollständige Beschreibung der Probenbehandlungs-, Untersuchungs-, oder Analysenmethode, der Geräteparameter, der Gerätebedienung und der Datenauswertung sowie Datendokumentation anzufertigen bzw. die vorhandenen Beschreibungen in eine einheitliche Form zu übertragen. Der Umfang von ca. 1.400 Seiten hat uns selbst überrascht und zu der späten Veröffentlichung 1996 (Band 46-48) bzw. 1999 (Band 49) geführt. 1999 erschienen die ersten Ergänzungsbände (Band 58-60) mit den Methodenbeschreibungen aus den Jahren 1996 bis 1998. Leider ist es uns nicht wie geplant gelungen, alle 2 Jahre weitere Ergänzungsbände zu erstellen. Die Einführung unseres neuen Labordaten-Informations- und Managementsystems (LIMS) LABBASE, hohe Arbeitsbelastung, Strukturreformdiskussionen und schließlich die Umwandlung der Niedersächsischen in die neue Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt haben immer wieder zu Verzögerungen bei der Veröffentlichung unserer Labormethoden geführt.

In den vergangenen 10 Jahren sind allein weit über 200 neue Elementbestimmungsmethoden und zahlreiche Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Qualitätskontrollmethoden hinzugekommen. In 2009 wurden in 4 Ergänzungsbänden (Band 75-78) alle neuen Elementbestimmungsmethoden mit Anhängen und Sammelanhängen bis Ende 2008 abgedruckt. Nun liegen die Ergänzungsbände mit den Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Qualitätskontrollmethoden sowie den Gerätekurzanleitungen vor. Wir hoffen, dass in Zukunft alle neuen Methoden zeitnah veröffentlicht werden.

Wir sind uns bewusst, dass wir mit dieser sehr detaillierten Dokumentation einen sehr weitgehenden Einblick in unsere Laborarbeit geben, die sicherlich nicht fehlerfrei ist. Wir möchten damit auch zur Diskussion über Methoden-Auswahl und -Durchführung, über Qualitätskontrolle und Datendokumentation und nicht zuletzt

über Methoden- und damit Datenvergleichbarkeit anregen. Verbesserungs- und Korrektur-Vorschläge nehmen wir dankbar entgegen.

Nils König

Heike Fortmann

Abteilung Umweltkontrolle, Sachgebiet Umweltanalytik
Nordwestdeutsche Forstliche Versuchsanstalt

Danksagung

Diese Veröffentlichung wäre nicht möglich gewesen ohne die vielfältige Arbeit aller Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Labors, die bei der Einarbeitung, Durchführung und Verbesserung sowie bei der Fort- und Neuentwicklung der Methoden mitgewirkt haben.

Folgende Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter haben sich um die Weiterentwicklung, Verbesserung und Dokumentation von Methoden sowie deren Tests und Einführung in die Routine verdient gemacht: Frau **Claudia Günther**, Frau **Sandra Gries**, Frau **Silke König**, Frau **Heike Koopmann**, Herr **Karl-Ludwig Lüter**, Frau **Loan Mai**, Frau **Barbara Seewald**, Frau **Susanne Weinrich** und Frau **Ellen Wolff**. Für die Entwicklung und den Bau von verschiedenen Labor-Anlagen, Labor-Geräten und Arbeitshilfen gebührt unser Dank Herrn **Rolf Würriehausen** und Herrn **Frank Heun**.

In allen Fragen der Daten-Kontrolle, -Verarbeitung, -Sicherung und -Dokumentationen wurden wir von Herrn **Eberhart Bockhorst** und Herrn **Andreas Schulze** stets beraten und durch Programmierungsarbeiten unterstützt, wofür wir herzlich danken.

Allgemeiner Aufbau der Probenvorbereitungsmethoden

Der Text aller Lagerungs- und Probenvorbereitungsmethoden ist gleich aufgebaut. Er wurde im Vergleich zum Aufbau der Methoden im Band 49, Reihe B, des Forschungszentrums Waldökosysteme um einige Informationen ergänzt.

Jede Seite hat eine **Kopfzeile**, in der die Matrix (Probenart), die Methodenbezeichnung, das Methodenkürzel und die Seitenzahl eingetragen sind.

Auf der Titelseite ist direkt unter der Kopfzeile das **Einführungsdatum der Methode** angegeben. Es folgt die genaue **Bezeichnung** der Methode.

Es folgt eine Tabelle, in der **Methodenverweise** gegeben werden. Wenn die Probenvorbereitungsmethode normgerecht ist oder in Anlehnung an eine **Norm** (DIN, EN, ISO) entwickelt wurde, so ist die entsprechende Norm in der 1. Zeile der Tabelle angegeben. In der 2. Zeile ist angegeben, welcher Methode des **Handbuchs Forstliche Analytik (HFA)** die Elementbestimmungsmethode entspricht. In Zeile 3 ist der aus dem HFA, Teil E ableitbare **Methoden-Code** angegeben.

Danach sind unter der Überschrift **Geräte und Zubehör** alle benötigten Geräte und Materialien aufgelistet. Die gegebenenfalls zu verwendenden **Chemikalien** bzw. **Lösungen** sind unter gleich lautenden Überschriften im Anschluss zusammengestellt. Es folgen bei manchen Methoden in einem Kasten **wichtige Hinweise** zur Methodendurchführung.

In einem Kasten am unteren Ende der Seite sind die zur Methode gehörigen **Anhänge** und **Literaturangaben** angegeben. Die durchnummerierten **Anhänge** findet man direkt im Anschluss an die Methodenbeschreibung. Eventuell genannte **Gerätekurzanleitungen** finden sich im Band 81, Reihe B.

Auf der 2. und den folgenden Seiten der Methodenbeschreibung ist die **Durchführung** der Methode ausführlich beschrieben. Bei einigen Methoden wird hier auf die jeweilige Gerätekurzanleitung verwiesen. Gibt es keine eigene Gerätekurzanleitung für das zu benutzende Gerät, so findet man die Angaben zur Gerätebedienung im Abschnitt Durchführung. Besonders wichtige Durchführungshinweise sind mit "**Achtung**" hervorgehoben. Zum Schluss finden sich manchmal **Hinweise** zur **Gerätewartung**.

In den Anhängen am Ende der Methode sind unterschiedliche Detailinformationen zur Methode angegeben. Auf die Anhänge ist im Methodentext an der jeweiligen Stelle verwiesen.

Allgemeiner Aufbau der Untersuchungsmethoden

Der Text aller Untersuchungsmethoden ist gleich aufgebaut. Er wurde im Vergleich zum Aufbau der Methoden im Band 49, Reihe B, des Forschungszentrums Waldökosysteme um einige Informationen ergänzt.

Jede Seite hat eine **Kopfzeile**, in der die Matrix, die Methodenbezeichnung, der Methoden-Code, der Chemie-Archiv-Code (Lapis alt) und die Seitenzahl eingetragen sind.

Auf der **Titelseite** ist direkt unter der Kopfzeile das **Einführungsdatum der Methode** angegeben. Es folgt die genaue Bezeichnung der Methode.

Da für jede Untersuchungsmethode die Proben auf eine ganz bestimmte Weise vorbereitet und gelagert werden müssen, werden in einer **Tabelle** diejenigen **Lagerungs- und Probenvorbereitungsmethoden** aufgelistet, mit denen die Proben vorbehandelt sein dürfen, um die beschriebene Untersuchungsmethode anwenden zu können. (So müssen z.B. Pflanzenproben, an denen Schwermetall-Gehalte bestimmt werden sollen, mit metallabriebfreien Mühlen gemahlen worden sein.)

Es folgt eine Tabelle, in der **Methodenverweise** gegeben werden. Wenn die Probenvorbereitungsmethode normgerecht ist oder in Anlehnung an eine **Norm** (DIN, EN, ISO) entwickelt wurde, so ist die entsprechende Norm in der 1. Zeile der Tabelle angegeben. In der 2. Zeile ist angegeben, welcher Methode des **Handbuchs Forstliche Analytik (HFA)** die Elementbestimmungsmethode entspricht. In Zeile 3 ist der aus dem HFA, Teil E ableitbare **Methoden-Code** angegeben.

Weiterhin ist auf der Titelseite eine kurze **Beschreibung des Prinzips bzw. der chemischen Reaktionen** der Methode und eine Zusammenstellung möglicher **Störungen** bei der Methode dargestellt.

In einem Kasten am unteren Ende der Seite sind die zur Methode gehörigen **Anhänge** und **Literaturangaben** zur Methode angegeben. Die durchnummerierten **Anhänge** findet man direkt im Anschluss an die Methodenbeschreibung. Eventuell genannte **Gerätekurzanleitungen** finden sich im Band 81, Reihe B.

Auf den folgenden Seiten der Methodenbeschreibung sind in stets gleicher Reihenfolge die nachfolgenden Unterabschnitte zu finden:

- **Analysengeräte und Zubehör**
- **Chemikalien**
- **Lösungen**
- **Durchführung**
- **Qualitätskontrolle**
- **Auswertung/Datendokumentation**

Im Abschnitt **Analysengeräte und Zubehör** sind alle für die Durchführung der Methode benötigten Geräte und das Zubehör aufgelistet.

Im Abschnitt **Chemikalien** sind alle für die Durchführung der Methode wie auch für Spül- oder Reinigungsarbeiten benötigte Chemikalien in der handelsüblichen Form aufgelistet.

Die daraus anzusetzenden Lösungen und Gemische sind im Abschnitt **Lösungen** mit genauen Herstellungsvorschriften aufgeführt.

Die genaue Durchführung der Untersuchungsmethode ist im Abschnitt **Durchführung** beschrieben. Bei einigen Methoden wird hier auf die jeweilige Gerätekurzanleitung verwiesen. Besonders wichtige Durchführungshinweise sind mit "**Achtung**" hervorgehoben.

In dem Abschnitt **Qualitätskontrolle** sind in einer Tabelle alle durchzuführenden Qualitätskontrollen mit Verweis auf die Methodenvorschriften aufgelistet. Über die Methodenvorschrift hinausgehende Detailfestlegungen wie verwendete Kontrollstandards, erlaubt prozentuale Abweichungen u.s.w. sind in der Spalte "Durchführung" zusammengestellt.

Der letzte Abschnitt **Auswertung/Datendokumentation** beschreibt, welche Daten oder Messergebnisse wo und wie festzuhalten sind. Werden die Daten mit Hilfe

irgendwelcher Formeln verrechnet, so ist auch der genaue Berechnungsweg beschrieben.

In den **Anhängen** am Ende der Methode sind unterschiedliche Detailinformationen zur Methode angegeben. Auf die Anhänge ist im Methodentext an der jeweiligen Stelle verwiesen.

Allgemeiner Aufbau der Qualitätskontrollmethoden

Um die Qualität der Analytik sicherzustellen, gibt es zahlreiche Kontrollmöglichkeiten, die Fehlerquellen aufdecken oder methodische Fehler erkennen lassen.

Die **Qualitätskontrollmethoden** haben einen einheitlichen Aufbau. In der **Kopfzeile** sind die Probenart, der Methodename, das Methoden-Kürzel und die Seitenzahl eingetragen. Auf der **Titelseite** ist direkt unter der Kopfzeile das **Einführungsdatum der Methode** angegeben. Es folgt die genaue Bezeichnung der Methode. Danach ist jeweils das **Prinzip der Qualitätskontrolle** beschrieben gefolgt von der **Durchführung**.

In einem Kasten am unteren Ende der Seite sind die zur Methode gehörigen **Anhänge** und **Literaturangaben** zur Methode angegeben. Die durchnummerierten **Anhänge** findet man direkt im Anschluss an die Methodenbeschreibung.

Allgemeiner Aufbau der Elementbestimmungsmethoden

Der Text aller Elementbestimmungsmethoden ist gleich aufgebaut. Er wurde im Vergleich zum Aufbau der Methoden im Band 58 und 59, Reihe B, der Berichte des Forschungszentrums Waldökosysteme um eine Reihe von Informationen ergänzt.

Jede Seite hat eine **Kopfzeile**, in der das zu bestimmende Element, die chemische Form des Elementes, die bestimmt wird, das Gerät, der Methoden-Code und die Seitenzahl eingetragen sind.

Auf der **Titelseite** ist direkt unter der Kopfzeile das **Einführungsdatum der Methode** angegeben. Es folgt die zu bestimmende Elementform und der **Messbereich** der Methode. Dieser wird dargestellt durch die **Nachweisgrenze**, die **Bestimmungsgrenze** und die **obere Messgrenze**.

Da für verschiedene Probenmatrices (z.B. Wasser, Aufschlusslösung, Salzextrakt) oft unterschiedliche Elementbestimmungsmethoden nötig sind, werden in einer nach **Boden, Humus, Pflanze und Wasser** unterteilten Tabelle diejenigen **Untersuchungsmethoden** aufgelistet, für die die beschriebene Elementbestimmungsmethode geeignet ist. (So müssen z.B. Pflanzenproben, an denen Schwermetall-Gehalte bestimmt werden sollen, mit metallabriebfreien Mühlen gemahlen und mit einem für Schwermetalle geeigneten Aufschlussverfahren in Lösung gebracht worden sein.)

Es folgt eine Tabelle, in der **Methodenverweise** gegeben werden. Wenn die Elementbestimmungsmethode normgerecht ist oder in Anlehnung an eine **Norm** (DIN, EN, ISO) entwickelt wurde, so ist die entsprechende Norm in der 1. Zeile der Tabelle angegeben. In der 2. Zeile ist angegeben, welcher Methode des **Handbuchs Forstliche Analytik (HFA)** die Elementbestimmungsmethode

entspricht. In Zeile 3 ist der aus dem HFA, Teil E ableitbare **Methoden-Code** angegeben.

Weiterhin ist auf der Titelseite eine kurze **Beschreibung des physikalischen Prinzips bzw. der chemischen Reaktionen** der Methode und eine Darstellung möglicher **Störungen** bei der Methode dargestellt.

In einem Kasten am unteren Ende der Seite sind die zur Methode gehörigen **Anhänge** und **Literaturangaben** zur Methode angegeben. Die durchnummerierten **Anhänge** findet man direkt im Anschluss an die Methodenbeschreibung und die **Sammelanhänge** im Band 80 hinter den Methodenbeschreibungen. Die **Kurzanleitungen** werden im Band 81 veröffentlicht.

Auf den folgenden Seiten der Methodenbeschreibung sind in stets gleicher Reihenfolge die nachfolgenden Unterabschnitte zu finden:

- **Analysengeräte und Zubehör**
- **Chemikalien**
- **Lösungen**
- **Eichung/Standards**
- **Durchführung**
- **Qualitätskontrolle**
- **Auswertung/Datendokumentation**

Im Abschnitt **Analysengeräte und Zubehör** ist jeweils der genaue Gerätetyp mit allen Zusatzgeräten wie Probenehmer oder Dilutoren sowie die zugehörige Geräte-Software

beschrieben. Des Weiteren sind hier wichtige, methodenspezifische Detail-Angaben wie Art des Brenners, Graphitrohrtyp, Zerstäubertyp usw. zu finden.

Im Abschnitt **Chemikalien** sind alle für die Durchführung der Methode wie auch für Spül- oder Reinigungsarbeiten benötigte Chemikalien in der handelsüblichen Form aufgelistet.

Die daraus anzusetzenden Lösungen und Gemische sind im Abschnitt **Lösungen** mit genauen Herstellungsvorschriften aufgeführt.

Im Abschnitt **Eichung/Standards** sind im Unterabschnitt **Stammlösungen** die Herstellungsvorschriften für die Lösungen angegeben, aus denen die Standards hergestellt werden. Bei manchen Methoden (z.B. ICP-Methoden) gibt es den Abschnitt **Standardlösungen**, in dem die genaue Herstellung der Standards beschrieben ist. Es folgen Tabellen für die zu verwendende **Standardreihe** und die **Kontrollstandards**, mit denen die Eichung und die Messungen im Laufe des Arbeitstages überprüft werden. Werden an einem Gerät mehrere Elemente gleichzeitig oder direkt nacheinander bestimmt, so ist die Verwendung von Mehrelement-Standards sinnvoll. In diesem Fall sind in einer eigenen Tabelle die Standardzusammensetzungen für die **Mehrelementbestimmung** aufgelistet. Nach den Tabellen folgen Angaben zum Extinktions-Sollwert eines ausgewählten Standards. Hiermit kann die Geräteeinstellung überprüft werden. Schließlich sind noch Hinweise zur Matrix-Anpassung von Standards und Proben sowie Lagerungshinweise aufgeführt.

Die genaue Durchführung der Analysen ist im Abschnitt **Durchführung** beschrieben. Bei vielen Methoden wird hier auf die jeweilige Gerätekurzanleitung verwiesen. Da diese jedoch meist für mehrere Methoden gilt, sind die methodenspezifischen Angaben als Ergänzung der Gerätekurzanleitung in diesem

Abschnitt dargestellt. Gibt es keine eigene Gerätekurzanleitung für das zu benutzende Gerät, so findet man die Angaben zur Gerätebedienung im Abschnitt Durchführung. Besonders wichtige Durchführungshinweise sind mit "**Achtung**" hervorgehoben.

Im Abschnitt **Qualitätskontrolle** sind in einer Tabelle alle durchzuführenden Qualitätskontrollen mit Verweis auf die Methodenvorschriften aufgelistet. Über die Methodenvorschrift hinausgehende Detailfestlegungen wie verwendete Kontrollstandards, erlaubt prozentuale Abweichungen u.s.w. sind in der Spalte "Durchführung" zusammengestellt.

Der letzte Abschnitt **Auswertung/Datendokumentation** beschreibt, welche Messergebnisse wo und wie festzuhalten sind bzw. welches Datenverarbeitungsprogramm für die Datenkontrolle, -Übertragung und -Sicherung verwendet werden muss. Bei Verwendung solcher Programme wird auf die jeweilige Gerätekurzanleitung Datenverarbeitung verwiesen. Diese Anleitungen werden im gleichen Band wie die Gerätekurzanleitungen veröffentlicht.

In den Anhängen am Ende der Methode sind unterschiedliche Detailinformationen zur Methode angegeben. Dies können Chromatogramme, Geräteparameter, Spektren, Fließschemata bei Cont.-Flow-Methoden u. ä. sein. Auf die Anhänge ist im Methodentext an der jeweiligen Stelle verwiesen.

In den folgenden Tabellen sind die **verwendeten Abkürzungen** für Analysengeräte (Tabelle 1), für die Untersuchungsverfahren (Tabelle 2), für die Probenvorbereitungs- und Lagerungsverfahren (Tabelle 3) und die Qualitätskontrollen (Tabelle 4) aufgelistet.

Tabelle 1: verwendete Abkürzungen für Analysengeräte

Abkürzung	Gerät
AAS	Atomabsorptionsspektrophotometer AAS(G): mit Graphitrohrfen-Atomisierung AAS(FI): mit Flammen-Atomisierung
CFC	Continuous-Flow-Colorimeter
CFE	Continuous-Flow-Elektrochemie
CNS	Elementaranalysator für C, N und S
GC	Gaschromatograph
IC	Ionenchromatograph
ICP	Induktiv-gekoppeltes Plasma-Spektrophotometer
LFM	Leitfähigkeitsmessgerät
PHM	pH-Meter
SCH	Scheibler-Apparatur zur CO ₂ -Bestimmung
TIT	Titratoren für pH- und Leitfähigkeitstitrationsen
TOC	Total-Organic-Carbon-Analysator
TN	Total-Nitrogen-Analysator
WG	Waage

Tabelle 2: Abkürzungen für Untersuchungsmethoden

Abkürzung	Untersuchungsverfahren
ANULL	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Flüssige Proben)
ATNULL	ohne Anwendung eines Untersuchungsverfahrens (Festproben)
AKE	effektive Austauschkapazitäts-Bestimmung
AKEG	Europäische Methode zur Austauschkapazitätsbestimmung
AKH	Austauschkapazitätsbestimmung an Humusproben
AKT	totale (potentielle) Austauschkapazitäts-Bestimmung
BGW	Blattgewicht
BNK	Basen-Neutralisierungs-Kapazitäts-Bestimmung
Clges	Gesamt-Chlor-Bestimmung
CNMIK(F)	C- und N-Bestimmung der mikrobiellen Biomasse
CO2ATM	CO ₂ -Atmung
CO3ges	Carbonat-Bestimmung
DAN	Druckaufschluss mit Salpetersäure
DANF	Druckaufschluss mit Salpeter- und Flusssäure
EXT1:2H2O	wässriger 1:2-Extrakt
EXT1:2ALKP	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion im wässrigen 1:2-Extrakt
EXTEDTA	EDTA-Extrakt
EXTOX	Oxalat-Extrakt
FBA	Feinbodenanteil-Bestimmung
GBL	Gleichgewichts-Bodenlösung
GBLALKP	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion in der GBL
Nmin	Bestimmung der mineralischen Stickstoff-Fraktion
NGW	Nadelgewicht
KOMPAL	Bestimmung der komplexierten Al-Fraktion
OAKW	offener Aufschluss mit Königswasser
OAKWEG	Europäische Variante des offenen Aufschlusses mit Königswasser
PHH2O	pH-Bestimmung in wässriger Suspension
PHKCl	pH-Bestimmung in KCl-Suspension
PHCaCl2	pH-Bestimmung in CaCl ₂ -Suspension
TRD	Trockenraumdichte-Bestimmung
TRDF	Trockenrohdichte des Feinbodens
TRDFBA	Trockenrohdichte und Feinbodenanteil (BDF-Flächen)
WGH	Wassergehalts-Bestimmung

Tabelle 3: Abkürzungen für Probenvorbereitungs- und Lagerungsverfahren

Abkürzung	Probenvorbereitungs- oder Lagerungsverfahren
F	Filtration
L	Lagerung
M	Mahlen mit verschiedenen Mühlen
S	Sieben
SM	Probenvorbehandlung von Wasserproben, in denen Schwermetalle (SM) gemessen werden
T	Trocknung/Homogenisieren/Sortieren
M/SB	Mühle/Sieb für Bodenproben geeignet
M/SP	Mühle/Sieb für Pflanzen(Humus)proben geeignet
M/SBP	Mühle/Sieb für Boden-und Pflanzenproben geeignet

Tabelle 4: Abkürzungen für Qualitätskontrollen

Abkürzungen	Qualitätskontrolle
BL	Basislinienkontrolle
BW	Blindwerte
CB	Kohlenstoff-Bilanz
DK	Driftkontrolle
EK	Eichkurvenkontrolle
EK	Eichkurvenkontrolle
IB	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz
IBEU	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz, Europäische Variante
KSt	Kontroll-Standard
KstNit	Kontroll-Standard Nitrit
LFEU	Leitfähigkeitsbilanz, Europäische Variante
MA	Mehrfachaufschluss
MM	Mehrfachmessung
NaClV	NaCl-Verhältnis-Prüfung
NB	Stickstoff-Bilanz
NPK	Nullpunktkontrolle
PH	pH-Prüfung
StM	Standard-Material
VK	Verschleppungskontrolle
WG	Wassergehalt-Prüfung
WM	Wiederholungsmessungen
WP	Wiederholungsproben

Hinweis:

Die Methoden-Bände sind so gedruckt, dass jede neue Methode mit einer ungeraden Seitenzahl beginnt. Bei Entfernung der Verleimung kann die Methodensammlung auch als Loseblatt-Sammlung verwendet werden. Daher sind bei neuen Methoden-Versionen nicht nur die Änderungen, sondern der vollständige Methodentext abgedruckt. Die neuen Methoden bzw. –Methodenversionen der Ergänzungsbände können in die Loseblatt-Sammlung eingeordnet werden.

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Probenvorbereitungsmethoden
(neue Methoden im Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden; korrigierte Methoden in Kursivdruck)

Kürzel	Probenart	Von	Bis
F1.1		01.01.1989	
F2.1		01.01.1989	
F3.1		01.01.1989	
F4.1		01.01.1990	
L0		01.01.1989	
L1.1		01.01.1989	
L1.1L2.1		01.01.1989	
L2.1		01.01.1989	
L3.1		01.01.1989	
MB1.1		01.01.1989	
MBP1.1		01.01.1989	
MBP2.1		01.01.1995	
MBP3.1		01.10.1994	30.09.2004
MBP4.1	Pflanze	01.06.2004	
MBP5.1	Boden	01.10.2004	
MBP6.1	Boden Humus Pflanze	01.11.2010	
MP1.1		01.01.1994	31.12.2004
MP1.2	Pflanze	01.01.2005	
MP2.1		01.01.1989	31.12.2010
MP2.2		01.07.1997	
MP2.3	Pflanze	15.01.2011	
MP3.1		01.07.1991	31.12.2010
MP3.2		01.07.1997	
MP3.3	Pflanze	15.01.2011	
MP4.1		01.01.1992	31.12.2010
MP4.2		01.07.1997	
MP5.1	Pflanze	01.11.2010	
SB1.1		01.04.1991	
SBP1.1		01.01.1989	
SBP2.1		01.01.1989	
SBP2.2	Humus	01.04.2004	
SBP3.1		01.01.1989	
SHBZE1.1	Humus	01.08.2006	
SM1.1		01.01.1989	01.02.1994
SM1.2		01.02.1994	01.11.1994
SM1.3		01.11.1991	
SM2.1		01.01.1989	01.11.1994
SM2.2		01.11.1994	
T1.1		01.01.1989	
T2.1		01.01.1989	

T3.1		01.01.1989	
T3.1T1.1		01.01.1989	
T4.1		01.01.1989	
T4.1T1.1		01.01.1989	
T5.1		01.01.1989	
T6.1		01.12.1992	31.11.2000
T6.2	Pflanze	01.12.2000	31.11.2002
T6.3	Pflanze	01.12.2002	31.11.2004
T6.4	Pflanze	01.03.2004	28.02.2006
T6.5	Pflanze	01.03.2006	28.02.2007
T6.6	Pflanze	01.03.2007	
T7.1		01.12.1992	31.11.2000
T7.2	Pflanze	01.12.2000	31.11.2002
T7.3	Pflanze	01.12.2002	31.11.2004
T7.4	Pflanze	01.12.2004	28.02.2006
T7.5	Pflanze	01.03.2006	28.02.2007
T7.6	Pflanze	01.03.2007	28.02.2008
T7.7	Pflanze	01.03.2008	28.02.2009
T7.8	Pflanze	01.03.2009	28.02.2010
T7.9	Pflanze	01.03.2010	
T8.1		01.01.1992	

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.96 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Untersuchungsmethoden
(neue Methoden im Fettdruck, korrigierte Methoden im kursiven Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden)

Boden:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
AKE1.1	Boden	01.03.1990	
AKEG1.1	Boden	01.01.1996	
AKEG2.1	Boden	01.06.2002	
AKT1.1	Boden	01.01.1989	31.12.1999
AKT2.1	Boden	01.01.1991	
ATNULL	Boden	01.01.1989	
CNMIK1.1	Boden	01.01.1996	
CNMIKF1.1	Boden	01.01.1996	
CO2ATM1.1	Boden	01.06.1996	
CO3ges1.1	Boden	01.01.1997	
CO3ges2.1	Boden	01.01.2004	
DAN1.1	Boden	01.01.1989	
DANF1.1	Boden	01.11.1998	
EXT12ALKP1.1	Boden	01.01.1989	
EXT12H2O1.1	Boden	01.01.1989	
EXTEDTA1.1	Boden	01.01.1993	
EXTOX1.1	Boden	01.07.2002	
FBA1.1	Boden	01.01.1989	
GBL1.1	Boden	01.01.1989	
GBLALKP1.1	Boden	01.01.1992	

Nmin1.1	Boden	01.01.1992	
OAKW1.1	Boden	01.06.1995	
OAKWEG1.1	Boden	01.12.1996	31.12.1999
OAKWEG2.1	Boden	01.01.2007	
pHCaCl2/1.1	Boden	01.01.1989	31.03.1991
pHCaCl2/1.2	Boden	01.04.1991	31.01.1995
pHCaCl2/1.3	Boden	01.02.1995	09.12.2000
pHCaCl2/3.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHCaCl2_5.1	Boden	10.12.2000	
pHCaCl2_6.1	Boden	01.12.2004	
pHH2O1.1	Boden	01.01.1989	31.03.1991
pHH2O1.2	Boden	01.04.1991	31.01.1995
pHH2O1.3	Boden	01.02.1995	09.12.2000
pHH2O3.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHH2O5.1	Boden	10.12.2000	
pHH2O6.1	Boden	01.12.2004	
pHKCl1.1	Boden	01.01.1989	31.03.1991
pHKCl1.2	Boden	01.04.1991	31.01.1995
pHKCl1.3	Boden	01.02.1995	09.12.2000
pHKCl3.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHKCl4.1	Boden	01.01.2000	09.12.2000
pHKCl5.1	Boden	10.12.2000	
pHKCl6.1	Boden	01.12.2004	
TRD1.1	Boden	01.01.1989	
TRDF2.1	Boden	01.06.2009	
TRDFBA1.1	Boden	01.06.2006	
WGH1.1	Boden	01.01.1989	
WGH2.1	Boden	01.01.1989	

Humus:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
AKEG1.1	Humus	01.01.2006	
AKEG2.1	Humus	01.01.2006	
AKH1.1	Humus	01.03.1990	31.05.1997
AKH1.2	Humus	01.06.1997	30.11.1997
AKH1.3	Humus	01.12.1997	28.02.1998
AKH1.4	Humus	01.03.1998	
AKH2.1	Humus	01.03.1990	31.05.1997
AKH2.2	Humus	01.06.1997	30.11.1997
AKH2.3	Humus	01.12.1997	28.02.1998
AKH2.4	Humus	01.03.1998	
AKH3.1	Humus	01.01.2006	
ATNULL	Humus	01.01.1989	
CNMIK1.1	Humus	01.01.1996	
CNMIKF1.1	Humus	01.01.1996	
CO2ATM1.1	Humus	01.06.1996	
CO3ges1.1	Humus	01.01.1989	
CO3ges2.1	Humus	01.01.2004	
DAN1.1	Humus	01.01.1989	

DAN2.1	Humus	01.01.1989	30.06.1996
DAN2.2	Humus	01.07.1996	
DANF1.1	Humus	01.11.1998	
HV1.1	Humus	01.01.1989	
HV2.1	Humus	01.01.2003	
HV3.1	Humus	29.11.2005	
HV4.1	Humus	01.06.2006	
Nmin1.1	Humus	01.01.1992	
OAKW1.1	Humus	01.06.1995	
OAKWEG1.1	Humus	01.12.1996	31.12.1999
pHCaCl2/2.1	Humus	01.01.1989	31.01.1995
pHCaCl2/2.2	Humus	01.02.1995	09.12.2000
pHCaCl2/3.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHCaCl2_5.1	Humus	10.12.2000	
pHCaCl2_6.1	Humus	01.12.2004	
pHH2O2.1	Humus	01.01.1989	31.01.1995
pHH2O2.2	Humus	01.02.1995	09.12.2000
pHH2O3.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHH2O5.1	Humus	10.12.2000	
pHH2O6.1	Humus	01.12.2004	
pHKCl2.1	Humus	01.01.1989	31.01.1995
pHKCl2.2	Humus	01.02.1995	09.12.2000
pHKCl3.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHKCl4.1	Humus	01.01.2000	09.12.2000
pHKCl5.1	Humus	10.12.2000	
pHKCl6.1	Humus	01.12.2004	
WGH1.1	Humus	01.01.1989	
WGH2.1	Humus	01.01.1989	

Pflanze:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
ATNULL	Pflanze	01.01.1989	
BGW1.1	Pflanze	01.01.1989	
Clges1.1	Pflanze	15.07.1991	
Clges1.2	Pflanze	01.01.1997	
DAN1.1	Pflanze	01.01.1989	
DAN2.1	Pflanze	01.01.1989	30.06.1996
DAN2.2	Pflanze	01.07.1996	
NGW1.1	Pflanze	01.01.1989	31.03.2000
NGW1.2	Pflanze	01.04.2000	
WGH1.1	Pflanze	01.01.1989	

Wasser:

Kürzel	Probenart	Gültig von	Gültig bis
ALK1.1	Wasser	02.02.2000	
ANULL	Wasser	01.01.1989	
KOMPAL1.1	Wasser	01.01.1989	

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Qualitätskontrollmethoden
(neue Methoden im Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden)

Matrix Festproben:

Qualitätskontrolle	Probenart	Eingeführt Datum	Beendet Datum
QBC1.1	Festproben	01.02.2000	
QBW1.1	Festproben	01.01.1989	01.01.2001
QBW1.2	Festproben	01.01.2001	
QMA1.1	Festproben	01.01.1989	
QEK1.1	Festproben	01.01.1989	01.01.2005
QEK1.2	Festproben	01.01.2005	
QPH1.1	Festproben	01.01.2000	
QStM1.1	Festproben	01.01.1989	01.01.2001
QStM1.2	Festproben	01.01.2001	
QWG1.1	Festproben	01.10.1990	
QWP1.1	Festproben	01.01.1989	01.02.1996
QWP1.2	Festproben	01.02.1996	

Matrix Lösungen:

Qualitätskontrolle	Probenart	Eingeführt Datum	Beendet Datum
QALK1.1	Lösungen	01.01.2000	
QBL1.1	Lösungen	01.01.1989	
QBL2.1	Lösungen	01.01.2000	
QCB1.1	Lösungen	01.02.2000	
QDK1.1	Lösungen	01.01.1989	
QDK2.1	Lösungen	01.01.2000	
QMM1.1	Lösungen	01.01.1989	
QEK1.1	Lösungen	01.01.1989	01.01.1999
QEK1.2	Lösungen	01.01.1999	
QIB1.1	Lösungen	01.10.1990	01.06.2004
QIB1.2	Lösungen	01.06.2004	
QIB2.1	Lösungen	01.01.2005	
QIB3.1	Lösungen	01.07.2007	
QIBEU1.1	Lösungen	01.01.2004	
QKSt1.1	Lösungen	01.01.1989	
QKStNit1.1	Lösungen	01.01.1989	
QLFEU1.1	Lösungen	01.01.2004	
QNaCIV1.1	Lösungen	01.01.2005	
QNB1.1	Lösungen	01.03.1995	01.02.2000
QNB1.2	Lösungen	01.02.2000	
QNPK1.1	Lösungen	01.01.1989	
QStM1.1	Lösungen	01.01.2001	
QVK1.1	Lösungen	01.01.1989	
QWM1.1	Lösungen	01.01.1989	01.02.1996
QWM1.2	Lösungen	01.06.1996	

Liste der alten und der zwischen dem 1.1.99 und dem 31.12.11 neu hinzugekommenen Elementbestimmungsmethoden
(neue Methoden im Fettdruck; mit Angaben zum Verwendungszeitraum der jeweiligen Methoden)

Element	Prüfmethodenname	gültig von	gültig bis
Al	AlAlgesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Al	AlAlgesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Al	AlAlgesAAS6.1	01.11.2001	
Al	AlAlgesAAS7.1	15.11.2001	
Al	AlAlgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Al	AlAlgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Al	AlAlgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Al	AlAlgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Al	AlAlgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Al	AlAlgesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Al	AlAlgesICP4.1	01.04.1998	15.09.1998
Al	AlAlgesICP4.2	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Al	AlAlgesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Al	AlAlgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Al	AlAlgesICP7.3	01.03.2008	
Al	AlAlgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Al	AlAlgesICP8.2	01.05.2005	
Al	AlAlgesICP10.1	01.01.2004	
Al	AlAlgesICP15.1	01.10.2006	
Al	AlAlgesICP16.1	01.02.2007	
Al	AlAlgesICP18.1	01.10.2006	
Al	AlAlgesICP19.1	01.10.2009	
Alk	ALK37TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK37TIT2.1	29.10.2009	
Alk	ALK40TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK40TIT2.1	29.10.2009	
Alk	ALK43TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK43TIT2.1	29.10.2009	
Alk	ALK45TIT1.1	01.01.2000	
Alk	ALK45TIT2.1	29.10.2009	
As	AsAsgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
As	AsAsgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
As	AsAsgesICP3.1	01.11.1998	31.12.2005
Ba	BaBagesICP1.1	01.04.1992	01.11.1998
Ba	BaBagesICP1.2	01.11.1998	31.12.2002
Ba	BaBagesICP2.1	01.11.1998	01.10.2006
Ba	BaBagesICP8.1	01.01.2004	01.06.2005
Ba	BaBagesICP8.2	01.05.2005	
Ba	BaBagesICP10.1	01.01.2004	
Ba	BaBagesICP16.1	01.02.2007	
Ba	BaBagesICP19.1	01.10.2009	

C	CCanorgTOC1.1	01.01.1989	
C	CCanorgTOC2.1	01.10.1991	01.04.1994
C	CCanorgTOC2.2	01.04.1994	01.06.1997
C	CCanorgTOC2.3	01.06.1997	31.12.1999
C	CCanorgTOC3.1	01.01.1999	14.12.2007
C	CCanorgTOC3.2	15.12.2007	
C	CCO2GC1.1	01.06.1996	
C	CCO3C1.1	01.12.2006	
C	CCO3CNS1.1	20.08.2004	
C	CCO3DRU1.1	01.01.2004	
C	CCO3SCH1.1	01.01.1993	01.01.1997
C	CCO3SCH1.2	01.01.1997	
C	CCgesCNS1.1	01.01.1989	01.10.1995
C	CCgesCNS1.2	01.10.1995	31.12.1997
C	CCgesCNS2.1	01.02.1996	01.10.1997
C	CCgesCNS2.2	01.10.1997	30.11.2004
C	CCgesCNS3.1	01.10.1997	30.11.2004
C	CCgesCNS4.1	01.11.2001	
C	CCgesCNS5.1	20.08.2004	25.10.2010
C	CCgesCNS5.2	25.10.2010	
C	CCgesTOC1.1	01.01.1989	
C	CCgesTOC2.1	01.10.1991	01.04.1994
C	CCgesTOC2.2	01.04.1994	01.06.1997
C	CCgesTOC2.3	01.06.1997	31.12.1999
C	CCgesTOC3.1	01.01.1999	31.10.1999
C	CCgesTOC3.2	01.11.1999	14.12.2007
C	CCgesTOC3.3	15.12.2007	
C	CCgesTOC4.1	28.08.2008	
C	CCorgC1.1	01.12.2006	
C	CCorgCNS1.1	01.01.2000	30.11.2003
C	CCorgCNS2.1	20.08.2004	01.11.2007
C	CCorgTOC2.1	01.01.1999	14.12.2007
C	CCorgTOC2.2	15.12.2007	
Ca	CaCagesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Ca	CaCagesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Ca	CaCagesAAS6.1	01.11.2001	
Ca	CaCagesAAS7.1	15.11.2001	
Ca	CaCagesIC2.1	15.12.2007	
Ca	CaCagesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Ca	CaCagesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Ca	CaCagesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Ca	CaCagesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Ca	CaCagesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Ca	CaCagesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Ca	CaCagesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Ca	CaCagesICP4.2	15.06.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Ca	CaCagesICP6.1	01.07.2000	30.06.2006

Ca	CaCagesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Ca	CaCagesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Ca	CaCagesICP7.3	01.03.2008	
Ca	CaCagesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Ca	CaCagesICP8.2	01.05.2005	
Ca	CaCagesICP10.1	01.01.2004	
Ca	CaCagesICP13.1	01.03.2004	
Ca	CaCagesICP15.1	01.10.2006	
Ca	CaCagesICP16.1	01.02.2007	
Ca	CaCagesICP19.1	01.10.2009	
Cd	CdCdgesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Cd	CdCdgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cd	CdCdgesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1993
Cd	CdCdgesAAS3.2	01.01.1993	01.07.1994
Cd	CdCdgesAAS4.1	01.07.1994	01.11.1996
Cd	CdCdgesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Cd	CdCdgesAAS5.1	01.01.1997	31.12.2002
Cd	CdCdgesAAS8.1	01.02.2005	
Cd	CdCdgesICP1.1	01.05.1994	01.01.1997
Cd	CdCdgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cd	CdCdgesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Cd	CdCdgesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Cd	CdCdgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Cd	CdCdgesICP3.2	01.07.2000	01.10.2006
Cd	CdCdgesICP4.1	01.01.2001	30.06.2006
Cd	CdCdgesICP8.1	10.03.2003	
Cd	CdCdgesICP14.1	01.09.2006	
Cd	CdCdgesICP15.1	01.10.2006	
Cd	CdCdgesICP16.1	01.02.2007	
Cd	CdCdgesICP17.1	01.10.2006	
Cd	CdCdgesICP19.1	01.10.2009	
Cl	ClCICFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
Cl	ClCICFC1.2	01.03.1991	01.03.1994
Cl	ClCICFC1.3	01.03.1994	01.02.1995
Cl	ClCICFC1.4	01.02.1995	01.01.1996
Cl	ClCICFC1.5	15.05.1996	31.12.2003
Cl	ClCICFE1.1	15.05.1996	31.12.2000
Cl	ClCICFE2.1	01.07.1997	30.11.1999
Cl	ClCICFE2.2	01.12.1999	31.12.2003
Cl	ClCICFE3.1	01.06.1999	30.11.1999
Cl	ClCICFE3.2	01.12.1999	
Cl	ClCIIC1.1	01.08.1992	31.12.1998
Cl	ClCIIC2.1	15.12.2007	30.09.2009
Cl	ClCIIC2.2	01.08.2009	
Co	CoCogesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Co	CoCogesAAS2.1	01.01.1993	01.01.1996
Co	CoCogesAAS2.2	01.01.1996	01.06.2002

Co	CoCogesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Co	CoCogesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Co	CoCogesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Co	CoCogesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Co	CoCogesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Co	CoCogesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Co	CoCogesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Co	CoCogesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Co	CoCogesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Co	CoCogesICP8.1	10.03.2003	
Co	CoCogesICP14.1	01.09.2006	
Co	CoCogesICP15.1	01.10.2006	
Co	CoCogesICP16.1	01.02.2007	
Co	CoCogesICP17.1	01.10.2006	
Co	CoCogesICP19.1	01.10.2009	
Cr	CrCrgesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Cr	CrCrgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cr	CrCrgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cr	CrCrgesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Cr	CrCrgesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Cr	CrCrgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cr	CrCrgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Cr	CrCrgesICP3.1	01.11.1998	30.06.2006
Cr	CrCrgesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Cr	CrCrgesICP8.1	10.03.2003	
Cr	CrCrgesICP14.1	01.09.2006	
Cr	CrCrgesICP15.1	01.10.2006	
Cr	CrCrgesICP16.1	01.02.2007	
Cr	CrCrgesICP17.1	01.10.2006	
Cr	CrCrgesICP19.1	01.10.2009	
Cu	CuCugesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Cu	CuCugesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Cu	CuCugesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1992
Cu	CuCugesAAS4.1	01.11.1992	01.07.1994
Cu	CuCugesAAS5.1	01.07.1994	01.11.1996
Cu	CuCugesAAS5.2	01.11.1996	31.12.2002
Cu	CuCugesAAS8.1	01.02.2005	
Cu	CuCugesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Cu	CuCugesICP1.2	01.05.1994	01.01.1997
Cu	CuCugesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Cu	CuCugesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Cu	CuCugesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Cu	CuCugesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Cu	CuCugesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Cu	CuCugesICP8.1	10.03.2003	
Cu	CuCugesICP14.1	01.09.2006	
Cu	CuCugesICP15.1	01.10.2006	

Cu	CuCugesICP16.1	01.02.2007	
Cu	CuCugesICP17.1	01.10.2006	
Cu	CuCugesICP19.1	01.10.2009	
F	FFIC2.1	15.12.2007	30.09.2009
F	FFIC2.2	01.08.2009	
Fe	FeFegesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Fe	FeFegesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Fe	FeFegesAAS6.1	01.11.2001	
Fe	FeFegesAAS7.1	15.11.2001	
Fe	FeFegesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Fe	FeFegesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Fe	FeFegesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Fe	FeFegesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Fe	FeFegesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Fe	FeFegesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Fe	FeFegesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Fe	FeFegesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Fe	FeFegesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Fe	FeFegesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Fe	FeFegesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Fe	FeFegesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Fe	FeFegesICP7.3	01.03.2008	
Fe	FeFegesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Fe	FeFegesICP8.2	01.05.2005	
Fe	FeFegesICP10.1	01.01.2004	
Fe	FeFegesICP15.1	01.10.2006	
Fe	FeFegesICP16.1	01.02.2007	
Fe	FeFegesICP18.1	01.10.2006	
Fe	FeFegesICP19.1	01.10.2009	
H	HH+1PHM1.1	01.01.1989	
H	HH+1PHM4.1	01.01.2001	
H	HH+1PHM6.1	01.03.2009	
H	HH+2PHM1.1	01.01.1989	
H	HH+2PHM4.1	01.01.2001	01.09.2009
H	HH+2PHM6.1	01.03.2009	
H	HH+PHM1.1	01.01.1989	01.03.1996
H	HH+PHM1.2	01.03.1996	01.03.1997
H	HH+PHM1.3	01.03.1997	31.01.2000
H	HH+PHM1.4	01.02.2000	
H	HH+PHM2.1	01.11.1995	01.03.1996
H	HH+PHM3.1	01.03.1996	31.12.1996
H	HH+PHM4.1	01.01.2000	31.12.2010
H	HH+PHM5.1	01.01.2000	01.09.2009
H	HH+PHM6.1	01.06.2006	
H	HH+PHM7.1	01.06.2006	
H	HH+TIT1.1	01.05.1989	31.12.1993
HA	HAHKTIT2.1	01.04.2011	
K	KKgesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
K	KKgesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002

K	KKgesAAS6.1	01.11.2001	
K	KKgesAAS7.1	15.11.2001	01.03.2003
K	KKgesAAS7.2	01.03.2003	
K	KKgesIC2.1	15.12.2007	
K	KKgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
K	KKgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
K	KKgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
K	KKgesICP2.1	01.01.1997	01.08.1998
K	KKgesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
K	KKgesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
K	KKgesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
K	KKgesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
K	KKgesICP5.1	01.07.2000	01.10.2006
K	KKgesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
K	KKgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
K	KKgesICP7.3	01.03.2008	
K	KKgesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
K	KKgesICP8.2	01.05.2005	
K	KKgesICP10.1	01.01.2004	
K	KKgesICP13.1	01.03.2004	
K	KKgesICP15.1	01.10.2006	
K	KKgesICP16.1	01.02.2007	
K	KKgesICP19.1	01.10.2009	
LF	LFLFCFC1.1	01.03.2000	31.12.2003
LF	LFLFLFM1.1	01.01.1989	31.05.1997
LF	LFLFLFM1.2	01.06.1997	
LF	LFLFLFM2.1	01.06.2006	
Mg	MgMggesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Mg	MgMggesAAS2.1	01.01.1989	01.08.1993
Mg	MgMggesAAS2.2	01.08.1993	01.06.2002
Mg	MgMggesAAS6.1	01.11.2001	
Mg	MgMggesAAS7.1	15.11.2001	
Mg	MgMggesIC2.1	15.12.2007	
Mg	MgMggesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Mg	MgMggesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Mg	MgMggesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Mg	MgMggesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Mg	MgMggesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Mg	MgMggesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Mg	MgMggesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Mg	MgMggesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Mg	MgMggesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Mg	MgMggesICP5.1	01.11.1998	01.10.2006
Mg	MgMggesICP6.1	01.07.2000	30.06.2006
Mg	MgMggesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Mg	MgMggesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Mg	MgMggesICP7.3	01.03.2008	
Mg	MgMggesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Mg	MgMggesICP8.2	01.05.2005	

Mg	MgMggesICP10.1	01.01.2004	
Mg	MgMggesICP13.1	01.03.2004	
Mg	MgMggesICP15.1	01.10.2006	
Mg	MgMggesICP16.1	01.02.2007	
Mg	MgMggesICP19.1	01.10.2009	
Mn	MnMngesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Mn	MnMngesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Mn	MnMngesAAS6.1	01.11.2001	
Mn	MnMngesAAS7.1	15.11.2001	
Mn	MnMngesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Mn	MnMngesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Mn	MnMngesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Mn	MnMngesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Mn	MnMngesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Mn	MnMngesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Mn	MnMngesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Mn	MnMngesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Mn	MnMngesICP4.1	01.04.1998	01.11.1998
Mn	MnMngesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006
Mn	MnMngesICP5.1	01.11.1998	30.06.2000
Mn	MnMngesICP5.2	01.07.2000	01.10.2006
Mn	MnMngesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Mn	MnMngesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Mn	MnMngesICP7.3	01.03.2008	
Mn	MnMngesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Mn	MnMngesICP8.2	01.05.2005	
Mn	MnMngesICP10.1	01.01.2004	
Mn	MnMngesICP15.1	01.10.2006	
Mn	MnMngesICP16.1	01.02.2007	
Mn	MnMngesICP19.1	01.10.2009	
N	NNH4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
N	NNH4CFC1.2	01.03.1991	01.12.1993
N	NNH4CFC1.3	01.12.1993	01.11.1994
N	NNH4CFC1.4	01.11.1994	31.01.1997
N	NNH4CFC2.1	01.02.1995	31.08.1996
N	NNH4CFC3.1	01.07.1997	31.12.2003
N	NNH4CFC3.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNH4CFC4.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNH4CFC4.2	01.12.1999	15.02.2006
N	NNH4CFC4.3	15.01.2006	28.02.2007
N	NNH4CFC5.1	01.11.2004	28.02.2007
N	NNH4CFC6.1	01.03.2007	
N	NNH4CFC7.1	01.03.2007	
N	NNH4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
N	NNH4IC2.1	15.12.2007	
N	NNO2+3CFC1.1	01.01.1989	01.10.1989
N	NNO2+3CFC2.1	01.10.1989	01.03.1991
N	NNO2+3CFC2.2	01.03.1991	01.11.1994
N	NNO2+3CFC2.3	01.11.1994	01.09.1995

N	NNO2+3CFC2.4	01.09.1995	31.12.2008
N	NNO2+3CFC3.1	01.02.1995	01.09.1995
N	NNO2+3CFC3.2	01.09.1995	31.08.1996
N	NNO2+3CFC4.1	01.07.1997	30.11.1999
N	NNO2+3CFC4.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNO2+3CFC5.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNO2+3CFC5.2	01.12.1999	28.02.2006
N	NNO2+3CFC5.3	15.01.2006	28.02.2007
N	NNO2+3CFC5.4	01.03.2007	
N	NNO2+3CFC6.1	01.11.2004	28.02.2007
N	NNO2+3CFC6.2	01.03.2007	
N	NNO2+3CFC7.1	01.03.2010	
N	NNO2IC2.1	01.01.2008	30.09.2009
N	NNO2IC2.2	01.08.2009	
N	NNO3IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
N	NNO3IC2.1	15.12.2007	30.09.2009
N	NNO3IC2.2	01.08.2009	
N	NNgesCFC1.1	01.01.1989	01.12.1994
N	NNgesCFC1.2	01.12.1994	31.01.1995
N	NNgesCFC2.1	01.02.1995	31.12.1997
N	NNgesCFC3.1	01.04.1996	01.09.1996
N	NNgesCFC4.1	01.07.1997	30.11.1999
N	NNgesCFC4.2	01.12.1999	31.12.2003
N	NNgesCFC5.1	01.06.1999	30.11.1999
N	NNgesCNS1.1	01.01.1989	01.10.1995
N	NNgesCNS1.2	01.10.1995	31.12.1997
N	NNgesCNS2.1	01.02.1996	01.10.1997
N	NNgesCNS2.2	01.10.1997	30.11.2004
N	NNgesCNS3.1	01.09.1997	30.11.2004
N	NNgesCNS4.1	01.11.2001	
N	NNgesCNS5.1	20.08.2004	25.10.2010
N	NNgesCNS5.2	25.10.2010	
N	NNgesTOC1.1	01.11.1999	01.12.1999
N	NNgesTOC2.1	01.12.1999	14.12.2007
N	NNgesTOC2.2	15.12.2007	
N	NNgesTOC3.1	28.08.2008	
Na	NaNagesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Na	NaNagesAAS2.1	01.01.1989	01.06.2002
Na	NaNagesAAS6.1	01.11.2001	
Na	NaNagesAAS7.1	15.11.2001	01.03.2003
Na	NaNagesAAS7.2	01.03.2003	
Na	NaNagesIC2.1	15.12.2007	
Na	NaNagesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Na	NaNagesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Na	NaNagesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Na	NaNagesICP2.1	01.01.1997	01.08.1998
Na	NaNagesICP3.1	01.08.1997	01.11.1998
Na	NaNagesICP3.2P	01.11.1998	31.12.2002
Na	NaNagesICP4.2	01.11.1998	30.06.2006

Na	NaNagesICP5.1	01.07.2000	01.10.2006
Na	NaNagesICP7.1	15.02.2003	28.02.2006
Na	NaNagesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
Na	NaNagesICP7.3	01.03.2008	
Na	NaNagesICP8.1	10.03.2003	01.06.2005
Na	NaNagesICP8.2	01.05.2005	
Na	NaNagesICP10.1	01.01.2004	
Na	NaNagesICP13.1	01.03.2004	
Na	NaNagesICP15.1	01.10.2006	
Na	NaNagesICP16.1	01.02.2007	
Na	NaNagesICP19.1	01.10.2009	
Ni	NiNigesAAS1.1	01.11.1996	31.12.2002
Ni	NiNigesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Ni	NiNigesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Ni	NiNigesAAS3.1	01.01.1989	01.07.1994
Ni	NiNigesAAS4.1	01.07.1994	31.12.2002
Ni	NiNigesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Ni	NiNigesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Ni	NiNigesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
Ni	NiNigesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Ni	NiNigesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Ni	NiNigesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Ni	NiNigesICP8.1	10.03.2003	
Ni	NiNigesICP14.1	01.09.2006	
Ni	NiNigesICP15.1	01.10.2006	
Ni	NiNigesICP16.1	01.02.2007	
Ni	NiNigesICP17.1	01.10.2006	
Ni	NiNigesICP19.1	01.10.2009	
P	PPgesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
P	PPgesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
P	PPgesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
P	PPgesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
P	PPgesICP2.2	01.11.1998	01.10.2006
P	PPgesICP3.1	01.11.1998	01.10.2006
P	PPgesICP7.1	15.02.2003	01.04.2006
P	PPgesICP7.2	01.03.2006	01.03.2008
P	PPgesICP7.3	01.03.2008	
P	PPgesICP8.1	10.03.2003	01.05.2005
P	PPgesICP8.2	01.05.2005	
P	PPgesICP9.1	01.09.2003	
P	PPgesICP15.1	01.10.2006	
P	PPgesICP16.1	01.02.2007	
P	PPgesICP19.1	01.10.2009	
P	PPO4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
P	PPO4CFC1.2	01.03.1991	01.02.1995
P	PPO4CFC2.1	01.01.1989	01.10.1990
P	PPO4CFC2.2	01.10.1990	01.02.1995
P	PPO4IC2.1	15.12.2007	30.09.2009
P	PPO4IC2.2	01.08.2009	

Pb	PbPbgesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Pb	PbPbgesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Pb	PbPbgesAAS3.1	01.01.1989	01.11.1993
Pb	PbPbgesAAS3.2	01.11.1993	01.07.1994
Pb	PbPbgesAAS4.1	01.07.1994	01.11.1996
Pb	PbPbgesAAS4.2	01.11.1996	31.12.2002
Pb	PbPbgesAAS8.1	01.02.2005	
Pb	PbPbgeslCP1.2	01.05.1994	15.03.1995
Pb	PbPbgeslCP1.3	15.03.1995	01.01.1997
Pb	PbPbgeslCP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Pb	PbPbgeslCP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Pb	PbPbgeslCP2.3	01.07.2000	30.06.2006
Pb	PbPbgeslCP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Pb	PbPbgeslCP3.2	01.07.2000	01.10.2006
Pb	PbPbgeslCP4.1	01.01.2001	30.06.2006
Pb	PbPbgeslCP8.1	10.03.2004	
Pb	PbPbgeslCP14.1	01.09.2006	
Pb	PbPbgeslCP15.1	01.10.2006	
Pb	PbPbgeslCP16.1	01.02.2007	
Pb	PbPbgeslCP17.1	01.10.2006	
Pb	PbPbgeslCP19.1	01.10.2009	
S	SSgesCNS1.1	01.01.1989	31.12.1997
S	SSgeslCP1.1	01.10.1990	01.05.1994
S	SSgeslCP1.2	01.05.1994	01.08.1998
S	SSgeslCP1.3	01.08.1998	31.12.2002
S	SSgeslCP2.1	01.01.1997	01.11.1998
S	SSgeslCP2.2	01.11.1998	01.10.2006
S	SSgeslCP3.1	01.11.1998	30.06.2006
S	SSgeslCP7.1	15.02.2003	31.08.2003
S	SSgeslCP7.2	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgeslCP8.1	10.03.2003	31.08.2003
S	SSgeslCP8.2	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgeslCP9.1	01.09.2003	31.12.2003
S	SSgeslCP10.1	01.01.2004	01.04.2006
S	SSgeslCP10.2	01.03.2006	01.03.2008
S	SSgeslCP10.3	01.03.2008	
S	SSgeslCP11.1	01.01.2004	01.06.2005
S	SSgeslCP11.2	01.05.2005	
S	SSgeslCP12.1	01.01.2004	
S	SSgeslCP15.1	01.10.2006	
S	SSgeslCP16.1	01.02.2007	
S	SSgeslCP19.1	01.10.2009	
S	SSO4CFC1.1	01.01.1989	01.03.1991
S	SSO4CFC1.2	01.03.1991	01.06.1993
S	SSO4IC1.1	01.08.1992	31.12.1998
S	SSO4IC2.1	15.12.2007	30.09.2009
S	SSO4IC2.2	01.08.2009	

SA	SASKTIT2.1	01.04.2011	
Si	SiSiO2WG1.1	01.01.1989	
Si	SiSigesAAS1.1	01.01.1989	31.12.2002
Si	SiSigesICP1.1	01.01.1990	01.05.1994
Si	SiSigesICP1.2	01.05.1994	01.08.1998
Si	SiSigesICP1.3	01.08.1998	31.12.2002
Ti	TiTigesICP1.1	01.11.1998	01.11.1999
Ti	TiTigesICP2.1	01.11.1998	30.06.2000
Ti	TiTigesICP2.2	01.07.2000	01.10.2006
Ti	TiTigesICP8.1	01.05.2005	
Ti	TiTigesICP15.1	01.10.2006	
Ti	TiTigesICP16.1	01.02.2007	
Ti	TiTigesICP19.1	01.10.2009	
Zn	ZnZngesAAS1.1	01.01.1989	01.11.1996
Zn	ZnZngesAAS1.2	01.11.1996	01.06.2002
Zn	ZnZngesAAS2.1	01.01.1993	01.11.1996
Zn	ZnZngesAAS2.2	01.11.1996	01.06.2002
Zn	ZnZngesICP1.1	01.10.1990	01.05.1994
Zn	ZnZngesICP1.2	01.05.1994	01.01.1997
Zn	ZnZngesICP2.1	01.01.1997	01.11.1998
Zn	ZnZngesICP2.2	01.11.1998	30.06.2000
Zn	ZnZngesICP2.3	01.07.2000	01.10.2006
Zn	ZnZngesICP3.1	01.11.1998	30.06.2000
Zn	ZnZngesICP3.2	01.07.2000	30.06.2006
Zn	ZnZngesICP4.1	01.01.2001	01.10.2006
Zn	ZnZngesICP8.1	10.03.2003	
Zn	ZnZngesICP14.1	01.09.2006	
Zn	ZnZngesICP15.1	01.10.2006	
Zn	ZnZngesICP16.1	01.02.2007	
Zn	ZnZngesICP17.1	01.10.2006	
Zn	ZnZngesICP19.1	01.10.2009	

**QUALITÄTSKONTROLLMETHODEN
FESTPROBEN**

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Kohlenstoff-Bilanz	QCB1.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.02.2000

C

B

K O H L E N S T O F F - B I L A N Z

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Der Gesamtkohlenstoffgehalt setzt sich aus dem organischen Kohlenstoff- und dem Carbonat-Kohlenstoff-Gehalt zusammen. Die Summe von Carbonat-Kohlenstoff und organischem Kohlenstoff kann niemals größer als der Gehalt an Gesamtkohlenstoff sein.

Es ergibt sich hieraus folgender Zusammenhang, der zur Plausibilitätskontrolle der Messungen verwendet wird:

$$[C_{ges} - C_{CO_3} - C_{org}]_{abs} < 1 \text{ mg/l (C-Bilanz 2)}$$

Zu geringfügigen negativen Abweichungen kann es aufgrund von zulässigen Messtoleranzen kommen. Diese werden bis zu einem Wert von +/- 1 mg/l zugelassen, da die Bestimmungsgrenzen der gemessenen Parameter bei 0,9 bis 1,8 mg/l liegen.

In der Regel wird an Wasserproben nur der Kohlenstoff-Gesamtgehalt und der Carbonat-Gehalt bestimmt. Dann gilt:

$$C_{ges} - C_{CO_3} > -1 \text{ mg/l (C-Bilanz 1)}$$

Durchführung:

Die Messwerte der Kohlenstoffstoffparameter werden in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingeben bzw. eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Kohlenstoffbilanz die Berechnung der C-Bilanz 1 und 2 durchgeführt und anschließend bewertet.

Je nach dem, ob nur 2 oder alle 3 Parameter bestimmt wurden, werden beide oder nur die Bilanz 1 zur Bewertung herangezogen. Für die Bewertung **ok** müssen dementsprechend entweder beide oder nur die Bilanz 1 die Kriterien erfüllen.

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

- Bei allen Proben mit der Bewertung **nicht ok** wird eine Nachmessung durchgeführt.
- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden.

Die Nachmessungsergebnisse werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung erneut durchgeführt.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Kohlenstoff-Bilanz	QCB1.1	2

C
B

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für die Kohlenstoff-Bilanzen, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung oder führen auch die neuen Messergebnisse nicht zur Einhaltung der genannten Qualitätskriterien, so müssen die Methodendurchführungen grundsätzlich überprüft werden und nach methodischen Fehlern gesucht werden. Danach sind alle Messungen zu wiederholen.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Blindwerte	QBW1.2	1

B

W

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2001

BLINDWERTE

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Um mögliche Verschmutzungen von verwendeten Geräten oder Chemikalien festzustellen, wird der jeweilige Aufschluss oder Extrakt in den vorgeschriebenen Apparaturen und mit allen Chemikalien, jedoch ohne Probenmaterial durchgeführt (Blindaufschluss, Blindextrakt). Die bei der Messung ermittelten Gehalte (Blindwerte) geben bei Überschreitung bestimmter Grenzwerte Hinweise auf Verschmutzung von Geräten und/oder Chemikalien oder unsauberes Arbeiten im Labor. Als Konsequenz müssen Teile einer Analysenserie oder die ganze Serie in besser gereinigten Geräten bzw. mit anderen Chemikalien neu untersucht werden.

Die Ergebnisse der Blindwert-Untersuchungen werden für jeden Parameter in die jeweilige Blindwert-Kontrollkarte der Methoden eingetragen und die langfristige Entwicklung des Blindwerts erfasst. Bei Trends oder größer werdenden Streuungen muss die Methode oder die verwendeten Materialien überprüft werden.

Durchführung:

In einer Analysenserie werden eine in der jeweiligen Methode festgelegte Anzahl von Blindwerten ermittelt. Die Ermittlung des Blindwertes erfolgt, indem der Aufschluss oder Extrakt in der vorgeschriebenen Apparatur und mit den vorgeschriebenen Chemikalien entsprechend der Anleitung, jedoch ohne Probenmaterial durchgeführt wird. Danach werden die Aufschlußlösungen als Proben in der Analysenserie mitgemessen und die Gehalte ermittelt.

Die ermittelten Blindwerte werden mit den in den jeweiligen Untersuchungsmethoden vorgegeben zulässigen Gehalten verglichen. Bei Überschreitung der zulässigen Gehalte muss die Ursache für die überhöhten Blindwerte durch Tests von verwendeten Materialien (Filter, Gefäße, Apparaturteile, Chemikalien etc.) ermittelt werden.

Nach Beseitigung der Fehlerquelle müssen alle Proben der Serie bzw. zusammenhängende Probenblöcke, in denen erhöhte Blindwerte vorkamen, erneut untersucht werden.

Nur im Falle von sehr hohen Elementgehalten (höher als 50-fache des erlaubten Blindwertes) kann bei gleichmäßig leicht erhöhten Blindwerten auf eine Aufschlußwiederholung verzichtet werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Blindwerte	QBW1.2	2

B

W

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2005

EICHKURVENKONTROLLE

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Bei jeder Elementbestimmungsmethode muss vor der Probenmessung eine Eichung mit Standards vorgenommen werden. Dabei ist in der Regel das Messsignal direkt proportional zur Elementkonzentration in der Probe. Trägt man das Messsignal gegen die Konzentration auf, so ergibt dies eine Gerade. Erst bei hohen Konzentrationen steigt das Messsignal nicht mehr proportional zur Konzentration an; die Eichkurve ist gekrümmt und flacht mit zunehmender Konzentration ab. Der gerade Teil der Eichkurve kann mit 2 Messpunkten hinreichend genau erfasst werden.

Aufgrund methoden- und gerätebedingter Störeinflüsse kann es im sehr niedrigen Konzentrationsbereich zu Abweichungen vom geraden Eichkurvenverlauf kommen. Bei matrixbeeinflussten Messmethoden kommt es vor, dass ein linearer Eichkurvenverlauf nur bei guter Matrixanpassung und über einen sehr engen Konzentrationsbereich gegeben ist.

In jedem Fall ist die Messung im linearen Bereich der Eichkurve am sichersten, reproduzierbarsten und genauesten.

Für jede Methode gibt es einen über Versuche ermittelten Konzentrationsbereich, in dem gemessen werden kann. Die zu verwendenden Standards sind in der Methode angegeben.

Sofort nach der 2- Punkt-Eichung, die den Konzentrationsbereich der zu messenden Proben abdecken sollte, muss der Eichkurvenverlauf und die Lage der Eichpunkte geprüft werden. Bei Abweichungen muss die Eichung wiederholt werden.

Durchführung:

Die Eichung wird entsprechend der Angaben in der jeweiligen Methodenvorschrift mit den dort angegebenen Standards durchgeführt. Danach wird der Eichkurvenverlauf und die Lage der Eichpunkte geprüft; die in der jeweiligen Elementbestimmungsmethode angegebenen methodenspezifischen Qualitätsparameter müssen erfüllt sein. Ist dies nicht der Fall, müssen gegebenenfalls Störungen beseitigt, und die Eichung wiederholt werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	---

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	2

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	pH-Prüfung	QPH1.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2000

p H – P R Ü F U N G

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Die pH-Werte im Boden nehmen in der Regel in folgender Reihenfolge ab:

$\text{pH}(\text{H}_2\text{O}) > \text{pH}(\text{CaCl}_2) > \text{pH}(\text{KCl})$

Nur bei sehr armen Böden und bei Sandböden kommt es manchmal vor, dass der $\text{pH}(\text{CaCl}_2)$ etwas kleiner oder gleich dem $\text{pH}(\text{KCl})$ ist.

Sind bei Bodenuntersuchungen die 3 pH-Werte untersucht worden, so wird im Rahmen der Qualitätskontrolle überprüft, ob die oben genannte Bedingung zutrifft. Sind nur 2 pH-Werte ($\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ und $\text{pH}(\text{CaCl}_2)$ oder ($\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ und $\text{pH}(\text{KCl})$) gemessen worden, so wird geprüft, ob der $\text{pH}(\text{H}_2\text{O})$ größer als der entsprechende Salz-PH-Wert ist.

Durchführung:

Die Messwerte der pH-Messungen werden in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingeben bzw. eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt pH-Prüfung Festproben der pH-Wert-Vergleich durchgeführt und anschließend bewertet.

Sind die Bedingungen für 2 oder 3 pH-Werte erfüllt, so erfolgt die Bewertung mit **ok**, andernfalls mit **nicht ok**.

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

- bei allen Proben, bei denen einer der pH-Werte nicht die Bedingung erfüllt, wird der entsprechende pH-Wert nachgemessen. Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung, so werden keine weiteren Nachmessungen durchgeführt. Die Nichteinhaltung der Qualitätskriterien wird akzeptiert und die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung "Nachmessung bestätigt Originalmessung".

Werden bei der zweiten Messung andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für die pH-Prüfung, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

**P
H**

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	pH-Prüfung	QPH1.1	2

P
H

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Standard-Material	QSTM1.2	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2001

STANDARD - MATERIAL

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Um die Reproduzierbarkeit und richtige Durchführung einer Untersuchungs- oder Elementbestimmungsmethode zu überprüfen, wird Standard-Material, dessen Zusammensetzung bekannt ist, in den Analysenserien mituntersucht. Insbesondere bei Aufschluss- und Extraktionsverfahren mit oft mehreren, genau definierten Vefahrensschritten kann so eine korrekte Methodendurchführung kontrolliert werden. Bei vom Sollwert abweichenden Ergebnissen kann aus der Art der Abweichung oftmals auf die Art und Ursache des Fehlers geschlossen werden.

Da die Standards in regelmäßigen Abständen in der Probenserie mitbearbeitet werden, können zudem Vertauschungen von Aufschluss- oder Extraktionslösungen oder beim Um- und Abfüllen festgestellt und als Konsequenz Blöcke mit vertauschten Proben erneut bearbeitet werden.

Als Standard-Material dienen zertifizierte Standards, in Ringversuchen vielfach untersuchte Materialien und selbst hergestellte Standards, deren Homogenität geprüft und deren Zusammensetzung in unabhängigen Analysen ermittelt worden ist.

Die Ergebnisse der Standard-Material-Untersuchungen werden für jeden Parameter in die jeweilige Kontrollkarte des Standards eingetragen und die langfristige Konzentrationsentwicklung des Standards erfasst. Bei Trends oder größer werdenden Streuungen muss die Methode oder das Messgerät überprüft werden.

Durchführung:

In einer Analysenserie werden in regelmäßigen Abständen Standard-Materialien mit untersucht. Dabei werden die Positionen der Standard-Materialien in einer Analysenserie vom Labordaten- Informations- und Managementsystem (LIMS) vorgegeben. Zusätzlich werden die Positionen der Standard-Materialien in den Extraktions- oder Aufschlußapparaturen bzw. Probenehmern notiert, um später mögliche Vertauschungen in einer Serie rekonstruieren zu können.

Nach der Analyse werden die gemessenen Gehalte in das LIMS eingeben und dort im Menü Qualitätsprüfungen unter dem Punkt Kontrollproben mit den Sollwerten verglichen. Die erlaubten prozentualen Abweichungen vom Sollwert sind in den jeweiligen Untersuchungs- oder Elementbestimmungsmethoden angegeben.

Bei Abweichungen vom Sollwert können unvollständige Aufschlüsse (falsche Temperatur, falsche Chemikalien, falsche Aufschlusszeit u.s.w.) bzw. unvollständige Extrakte (falsche Perkulations- oder Schüttelzeit, falsche Reagenzkonzentrationen u.s.w.), falsche Einwaagen bzw. Auffüllvolumen oder falsch eingestellte Geräteparameter die Ursache sein.

Weichen die Ergebnisse aller Standards einer Serie in ähnlicher Weise vom Sollwert ab, so muss nach der Ursachenermittlung die gesamte Serie neu bearbeitet werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

**S
T
M**

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Festproben	Standard-Material	QSTM1.2	2

Bei Abweichungen einzelner Standards kann es nach Klärung der Ursachen (z.B. Vertauschungen von Proben und Standards) ausreichen, nur bestimmte Probenblöcke erneut zu messen bzw. erneut aufzuschließen oder zu extrahieren.

Die Kontrollkarten für alle Parameter des Standard-Materials werden über das LIMS (Laborinformations- und Management-System) automatisch geführt.

**QUALITÄTSKONTROLLMETHODEN
LÖSUNGEN**

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Al-Bilanz (Komplexierung)	QAIK1.1	1

A
L
K

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2000

ALUMINIUM - BILANZ (Komplexierung)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

In manchen Bodenlösungen wird untersucht, in wie weit Aluminium in Lösung komplexiert ist. Verglichen mit dem Gesamt-Aluminiumgehalt muss der Gehalt des komplexierten Aluminiums darunter liegen oder kann maximal gleich hoch sein:

$$Al_{ges} > Al_{komp}$$

Diese Bedingung muss im Rahmen der Bestimmungsgrenzen eingehalten werden.

Durchführung:

Die Messwerte der Aluminiumparameter werden in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingeben bzw. eingelesen. Im Menü Qualitätsprüfung wird unter dem Punkt Al-Komplexprüfung die obige Bedingung geprüft und bewertet. Wird die Bedingung eingehalten, erfolgt die Bewertung **ok**, andernfalls die Bewertung **nicht ok**.

Liegt der Al_{komp} -Wert höher als der Al_{ges} -Wert, so müssen die entsprechenden Proben nachgemessen werden. Bestätigen sich die Werte, so muss die Al-Komplex-Bestimmung wiederholt werden und die Proben erneut gemessen werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	---

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Al-Bilanz (Komplexierung)	QAIK1.1	2

A
L
K

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Basislinienkontrolle	QBL2.1	1

B
L

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2000

BASISLINIENKONTROLLE

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Bei allen photometrischen Elementbestimmungsmethoden, die im Contineous.flow-Verfahren durchgeführt werden, kann es infolge von methodenbedingten Ausfällungen (z.B. Quecksilberchlorid bei der Chloridbestimmung) oder Ausfällungen von Huminstoffen aus den Proben im Laufe des Tages zu Ablagerungen oder Trübungen in der Küvette kommen. Dies ist mit einem „Blindwerden“ der Küvette gleichzusetzen und bewirkt eine positive Basisliniendrift.

Bei potentiometrischen Bestimmungen (z.B. Chlorid) kann es ebenfalls zu Ablagerungen von Huminstoffen o.ä. in der Messelektrode kommen, die je nach Ladung der abgelagerten Verbindungen einen Anstieg bzw. Abfall des Potentials der Messelektrode im Vergleich zur Referenzelektrode bewirken kann. Dies führt zu einer negativen bzw. positiven Basisliniendrift.

Durch Messen einer Blindlösung (oder von Wasser) vor der Eichung, nach der Eichung, zwischen definierten Probenblöcken und am Ende eines Analysenlaufs kann der Basislinienverlauf erfasst werden.

Bis zu einem bestimmten Grad sind Schwankungen der Basislinie normal; gerichtete Driften führen jedoch zu falschen Messergebnissen. Deshalb muss die Basislinie kontinuierlich kontrolliert und die Abweichung vom mittleren Wert berechnet werden. Abweichungen von +/-0,01 Extinktionen vom Mittelwert werden als max. zulässig erachtet. Bei größeren Abweichungen gibt die Software eine Warnmeldung und zeigt die Abweichung an.

In diesem Fall muss die Ursache der Basislinienschwankung oder -drift ermittelt und die Proben ggf. neu gemessen werden.

Durchführung:

Bei Einhaltung der Vorgaben in den Elementbestimmungsmethoden und den dazugehörigen Gerätekurzanleitungen wird über die Gerätesoftware in den entsprechenden Untermenues die Basisliniendrift automatisch erfasst. In einem Analysenlauf wird vor der Eichung und am Ende des Laufs sowie nach der Eichung und zwischen den Probenblöcken eine Blindlösung gemessen. Die Messergebnisse werden über die jeweilige Gerätesoftware gespeichert, der Basislinienmittelwert und seine Streuung automatisch ermittelt und ggf. eine Warnmeldung wegen zu großer Schwankungen oder gerichteter Driften gegeben. Die Ursache muss ermittelt und anschließend die betroffenen Proben noch mal gemessen werden.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	Skalar 2000: Bedienungssoftware Vers. CFS/WIN 1.0

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Basislinienkontrolle	QBL2.1	2

B

L

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Kohlenstoff-Bilanz	QCB1.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.02.2000

C

B

K O H L E N S T O F F - B I L A N Z

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Der Gesamtkohlenstoffgehalt setzt sich aus dem organischen Kohlenstoff- und dem Carbonat-Kohlenstoff-Gehalt zusammen. Die Summe von Carbonat-Kohlenstoff und organischem Kohlenstoff kann niemals größer als der Gehalt an Gesamtkohlenstoff sein.

Es ergibt sich hieraus folgender Zusammenhang, der zur Plausibilitätskontrolle der Messungen verwendet wird:

$$[C_{ges} - C_{CO_3} - C_{org}]_{abs} < 1 \text{ mg/l (C-Bilanz 2)}$$

Zu geringfügigen negativen Abweichungen kann es aufgrund von zulässigen Messtoleranzen kommen. Diese werden bis zu einem Wert von +/- 1 mg/l zugelassen, da die Bestimmungsgrenzen der gemessenen Parameter bei 0,9 bis 1,8 mg/l liegen.

In der Regel wird an Wasserproben nur der Kohlenstoff-Gesamtgehalt und der Carbonat-Gehalt bestimmt. Dann gilt:

$$C_{ges} - C_{CO_3} > -1 \text{ mg/l (C-Bilanz 1)}$$

Durchführung:

Die Messwerte der Kohlenstoffstoffparameter werden in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingeben bzw. eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Kohlenstoffbilanz die Berechnung der C-Bilanz 1 und 2 durchgeführt und anschließend bewertet.

Je nach dem, ob nur 2 oder alle 3 Parameter bestimmt wurden, werden beide oder nur die Bilanz 1 zur Bewertung herangezogen. Für die Bewertung **ok** müssen dementsprechend entweder beide oder nur die Bilanz 1 die Kriterien erfüllen.

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

- Bei allen Proben mit der Bewertung **nicht ok** wird eine Nachmessung durchgeführt.
- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden.

Die Nachmessungsergebnisse werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung erneut durchgeführt.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Kohlenstoff-Bilanz	QCB1.1	2

C
B

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für die Kohlenstoff-Bilanzen, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung oder führen auch die neuen Messergebnisse nicht zur Einhaltung der genannten Qualitätskriterien, so müssen die Methodendurchführungen grundsätzlich überprüft werden und nach methodischen Fehlern gesucht werden. Danach sind alle Messungen zu wiederholen.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Driftkontrolle	QDK2.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2000

D
K

DRIFTKONTROLLE

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Bei photometrischen oder potentiometrischen Elementbestimmungsmethoden, die im Continuous-flow-Verfahren durchgeführt werden, kann es im Laufe eines Tages zu einer Veränderung der Empfindlichkeit der Messung kommen. Dieses äußert sich in niedrigeren oder höheren Extinktionen oder Potentialen bei gleicher Konzentration. Ursachen dieser Empfindlichkeitsveränderungen können z.B. Temperaturabhängigkeiten der verwendeten chemischen Nachweisreaktionen (z. B. bei der Nitrat- oder Nges-Bestimmung), Durchlässigkeitsveränderungen auf Grund von Ablagerungen bei vorgeschalteten Dialysemembranen (z. B. Chlorid- und Nitrat-Bestimmung), Ausfällungen oder Veränderungen der Fließraten auf Grund von Pumpenschlauch-Erwärmungen (alle Methoden) sein. Durch Messen des höchsten Standards nach der Eichung, zwischen definierten Probenblöcken und am Ende eines Analysenlaufs kann die Drift erfasst werden.

Bis zu einem bestimmten Grad sind Schwankungen der Peakhöhen normal; gerichtete Driften führen jedoch zu falschen Messergebnissen. Deshalb muss die Peakhöhe von Driftkontrollstandards kontinuierlich kontrolliert und die Abweichung vom mittleren Wert berechnet werden. Abweichungen von +/- 0,02 Extinktionen vom Mittelwert werden als max. zulässig erachtet. Bei größeren Abweichungen gibt die Software eine Warnmeldung und zeigt die Abweichung an.

In diesem Fall muss die Ursache der Peakhöhenschwankung oder -drift ermittelt und die Proben ggf. neu gemessen werden.

Durchführung:

Bei Einhaltung der Vorgaben in den Elementbestimmungsmethoden und den dazugehörigen Gerätekurzanleitungen wird über die Gerätesoftware in den entsprechenden Untermenues die Peakhöhendrift automatisch erfasst. In einem Analysenlauf wird nach der Eichung und am Ende des Laufs sowie zwischen den Probenblöcken der höchste Eichstandard gemessen. Die Messergebnisse werden über die jeweilige Gerätesoftware gespeichert, der Peakhöhenmittelwert und seine Streuung automatisch ermittelt und ggf. eine Warnmeldung wegen zu großer Schwankungen oder gerichteter Driften gegeben. Die Ursache muss ermittelt und anschließend die betroffenen Proben noch mal gemessen werden.

<i>Anhang:</i>	<i>Lit.:</i>
---	Skalar 2000: Bedienungssoftware Vers. CFS/WIN 1.0

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Driftkontrolle	QDK2.1	2

D

K

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB1.2	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.6.2004

IONENBILANZ / LEITFÄHIGKEITSBILANZ (IBW)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Zur Qualitätskontrolle der Analysedaten von Wasserproben wird durch eine Plausibilitätsrechnung geprüft, ob die Anionensumme gleich der Kationensumme ist und ob die gemessene Leitfähigkeit mit der aus den gemessenen Einzelionenkonzentrationen berechneten Leitfähigkeit übereinstimmt. Diese Berechnung basiert auf zwei Annahmen:

a. Die Summe der Ionenäquivalente der Kationen ist gleich der Summe der Ionenäquivalente der Anionen. Dabei wird die Anionen- bzw. Kationensumme wie folgt berechnet:

$$\text{Anionensumme} = \text{SO}_4^{2-} + \text{Cl}^- + \text{NO}_3^- + \text{PO}_4^{3-} + \text{HCO}_3^- + \text{OH}^- \text{ [meq/l]}$$

(mit $\text{HCO}_3^- = (10^{*(\text{pH}-11,3))} * 1000$ und $\text{OH}^- = (10^{*(\text{pH}-14))} * 1000$)

$$\text{Kationensumme} = \text{H}^+ + \text{Na}^+ + \text{K}^+ + \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} + \text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + \text{Al}^{3+} + \text{NH}_4^+ \text{ [meq/l]}$$

Aus Kationen- und Anionensumme wird der Quotient Qbal berechnet:

$$\text{Qbal} = \text{Kationensumme} / \text{Anionensumme}$$

Der Quotient Qbal (= Kationensumme / Anionensumme) muss zwischen 1 und 1.3 liegen. (Dieser Bereich wurde aus einer Häufigkeitsverteilung von 10000 untersuchten Wasserproben ermittelt). Die Verschiebung in den positiven Bereich ist durch die Anwesenheit organischer Anionen zu erklären. Diese werden zwar durch die Messung von Corg als Summenparameter erfasst, über die Höhe ihrer negative Ladung ist jedoch nichts bekannt.

b. Die gemessene Leitfähigkeit der Probe ist gleich der aus den Ionenäquivalenten berechneten theoretischen Leitfähigkeit.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	J. Prenzel 1991: Plausibilitätsprüfung von Wasseranalysen auf der Grundlage von Ladungsbilanz und elektrischer Leitfähigkeit, Interner Bericht König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB1.2	2

$$\text{LF berechnet} = 10^{-\text{pH}} * 1000 * 349,65 + 10^{\text{pH}-14} * 1000 * 198 + 10^{\text{pH}-11,3} * 1000 * 44,5$$

$$+ \sum_i (\text{Konz. I [mg/l]} * \text{LF-Faktor}_i * \text{Wertigkeit}_i / \text{Molekulargewicht}_i)$$

(i = Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Al³⁺, NH₄⁺, SO₄²⁻, Cl⁻, NO₃⁻, Pges)

Element	LF-Faktor
Al	61
Ca	59,47
Cl	76,4
Fe	54
K	73,48
Mg	53
Mn	53,5
Na	50,08
NH ₄ ⁺	73,5
NO ₃ ⁻	71,42
Pges	33
SO ₄ ²⁻	80

I
B

Aus der gemessenen und der theoretischen Leitfähigkeit wird der Quotient Qelf berechnet:

$$\text{Qelf} = \text{LF berechnet} / \text{LF gemessen}$$

Dieser soll zwischen 0.7 und 1.1 liegen. Die gemessene Leitfähigkeit ist niedriger als die berechnete, da das theoretische Modell nur für ideale verdünnte Lösungen gilt (infolge des Konzentrationseffekts behindern sich die Ionen, so dass die Leitfähigkeit niedriger wird).

Durchführung:

Nach der Messung aller Ionen einer Wasserprobe, die einen wesentlichen Anteil an den Ionensummen haben (Hauptelemente, pH) und der Messung von Gesamtkohlenstoff, anorganischem Kohlenstoff und der Leitfähigkeit werden die Analysedaten in das Labordaten- Informations- und Managementsystem LIMS eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Ionenbilanz IBW die Ionenbilanz- und Leitfähigkeitsbilanzberechnung durchgeführt und anschließend bewertet.

Liegen die Werte für Qbal und Qelf außerhalb des erlaubten Bereichs, werden folgende Bewertungen ausgegeben:

- Qbal > 1.3 und Qelf > 1.1: Anion zu niedrig.
- Qbal < 1.0 und Qelf > 1.1: Kation zu niedrig.
- Qbal < 1.0 und Qelf < 0.7: Anion zu hoch.
- Qbal > 1.3 und Qelf < 0.7: Kation zu hoch.

Liegt nur einer der beiden Werte außerhalb des Bereichs, so werden folgende Bewertungen ausgegeben:

- Qbal > 1.3: Summe-Kationen > Summe-Anionen
- Qbal < 1.0: Summe-Kationen < Summe-Anionen
- Qelf > 1.1: LF gemessen > Xelf
- Qelf < 0.7: LF gemessen < Xelf

Sind beide Werte im erlaubten Bereich, so wird die Bewertung **ok** ausgegeben.

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB1.2	3

- Proben, bei denen nur einer der beiden Werte außerhalb des Bereichs liegt, werden für richtig befunden. Es werden keine Nachmessungen durchgeführt.

- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden und werden deshalb auch nicht nachgemessen.

- Von Proben, bei denen beide Werte außerhalb des Bereichs liegen, werden die Messwerte für Cges bzw. Corg betrachtet. Ist die Konzentration von organischem Kohlenstoff größer als 20 mg/l, so werden die Proben nicht nachgemessen: eine Bewertung dieser Proben ist durch die Plausibilitätsprüfung nicht mehr möglich. (Da die organischen Anionen nicht berechnet werden können, fällt das Anionendefizit mit steigendem Gehalt an Corg immer stärker ins Gewicht und kann bei Gehalten über 20 mg/l C den erlaubten Anionenüberschuss von 30 % (Qbal>1.3) übersteigen, obwohl die Messungen der Probe korrekt sind.) Die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung „Corg“.

Nur bei Proben, bei denen der Qelf und Qbal außerhalb des erlaubten Bereichs liegen und deren Corg-Konzentration unter 20 mg/l ist, wird eine zweite Messung durchgeführt. Die Ergebnisse der Nachmessungen werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung wiederholt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung, so werden keine weiteren Nachmessungen durchgeführt. Die Nichteinhaltung der Qualitätskriterien wird akzeptiert und die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung “Nachmessung bestätigt Originalmessung“.

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung (<10 %, < ± Bestimmungsgrenze) und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für Qbal und/oder Qelf, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Werden für einzelne Parameter Abweichungen größer als 10 % von der Originalmessung gefunden, was aber dennoch nicht zur Einhaltung der Qualitätskriterien führt, so wird eine dritte Messung durchgeführt. Werden bei einer dritten Messung wieder andere Messwerte gefunden (Abweichungen von mehr als 10 %), so werden die Messwerte der jeweiligen Parameter mit dem Vermerk „unsicher“ versehen. Es werden dann keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigt sich die 2. Messung durch eine dritte Nachmessung, so ist die Originalmessung als falsch zu bewerten. In diesem Fall muss befürchtet werden, dass bei der Messung der betroffenen Parameter grundsätzlich Fehler gemacht wurden. Deshalb werden dann die Messungen von 10 Proben vor und nach der falschen Probe wiederholt. Wird festgestellt, dass ab einer bestimmten Probe vor und nach der falschen Probe die Ergebnisse der zwei Messungen übereinstimmen, so werden die Ergebnisse der falschen Messungen mit denen der Nachmessungen überschrieben und die Originalmessungen verworfen.

Stellt sich heraus, dass alle Messungen eines Elementes oder Gerätes (z.B. ICP) zu hoch oder zu niedrig sind, so wird ein Eichproblem vermutet, und alle Messungen eines Laufs an dem entsprechenden Gerät wiederholt und bei Abweichungen korrigiert.

Ergibt sich aus den Nachmessungen der 10 Proben vor und nach der falschen Probe keine plausible Erklärung, da alle oder mehrere von einander abweichen, so werden die Messungen an den Geräten, wo die Probleme aufgetreten sind, für die ganze Serie wiederholt.

Bei den von einander abweichenden Messungen werden wieder dritte Messungen durchgeführt und die Originalmessungen bei Bestätigung der zweiten Messung durch die Nachmessung ersetzt, bzw. mit der Bemerkung „unsicher“ versehen, wenn keine zwei übereinstimmenden Ergebnisse gefunden werden können.

I
B

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB1.2	4

I
B

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.1.2005

IONENBILANZ / LEITFÄHIGKEITSBILANZ (NFV)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Zur Qualitätskontrolle der Analysedaten von Wasserproben wird durch eine Plausibilitätsrechnung geprüft, ob die Anionensumme gleich der Kationensumme ist und die gemessene Leitfähigkeit mit der aus den gemessenen Einzelionenkonzentrationen berechneten Leitfähigkeit übereinstimmt. Diese Berechnung basiert auf zwei Annahmen:

a. Die Summe der Ionenäquivalente der Kationen ist gleich der Summe der Ionenäquivalente der Anionen. Dabei wird die Anionen- bzw Kationensumme wie folgt berechnet:

$$\text{Anionensumme} = \text{SO}_4^{2-} + \text{Cl}^- + \text{NO}_3^- + \text{PO}_4^{3-} + \text{Alkalinität} + \text{Corg} * \text{Ladungsfaktor}^{(1)} [\text{meq/l}]$$

(Ladungsfaktor⁽¹⁾: Auf der Basis von mehreren tausend untersuchten Proben der verschiedenen Probenarten wurden folgende Ladungsfaktoren für die gelöste org. Substanz ermittelt:

Kronentraufen: 0,031 Ladungen/C-Atom

Stammanläufe: 0,035 Ladungen/C-Atom

Lysimeterlösungen: 0,11 Ladungen/C-Atom)

$$\text{Kationensumme} = \text{H}^+ + \text{Na}^+ + \text{K}^+ + \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} + \text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + \text{Al}^{3+} + \text{NH}_4^+ [\text{meq/l}]$$

Aus Kationen- und Anionensumme wird der Quotient Q_{bal} berechnet:

$$\text{Q}_{\text{bal}} = \text{Kationensumme} / \text{Anionensumme}$$

Der aus diesen Summen gebildete Quotient Q_{bal} (= Kationensumme / Anionensumme) soll

- zwischen 0,9 und 1,1 liegen, wenn die Leitfähigkeit der Lösung >20 µs*cm⁻¹ ist
- zwischen 0,8 und 1,2 liegen, wenn die Leitfähigkeit der Lösung <20 µs*cm⁻¹ ist.

b. Die gemessene Leitfähigkeit der Probe ist gleich der aus den Ionenäquivalenten berechneten theoretischen Leitfähigkeit.

$$\text{LF berechnet} = 10^{-\text{pH}} * 1000 * 349,65 + \sum_i (\text{Konz. I} [\text{mg/l}] * \text{LF-Fakt.}_i * \text{Wertigk.}_i / \text{Molekulargew.}_i)$$

(i = Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Al³⁺, NH₄⁺, SO₄²⁻, Cl⁻, NO₃⁻, Pges, Alkalinität)

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	2

In Wasserproben liegt Phosphor fast ausschließlich als Phosphat (PO_4^{3-}) vor, weshalb der mittels ICP gemessene Gesamtphosphorgehalt dem Phosphatgehalt gleich gesetzt werden kann.

Element	LF-Faktor
Al	61
Alkalinität	44,4
Ca	59,47
Cl	76,4
Fe	54
K	73,48
Mg	53
Mn	53,5
Na	50,08
NH_4^+	73,5
NO_3^-	71,42
Pges	33
SO_4^{2-}	80

I
B

Bei der Berechnung der theoretischen Leitfähigkeit wird der Einfluss der Gesamtionenkonzentration durch einen Konzentrationskorrekturfaktor berücksichtigt:

$$\text{LF korr berechnet} = \text{LF berechnet} * (\text{Ionenaktivität})^2$$

$$\text{Ionensumme berechnet (IS)} = 0,5 \sum_i (\text{Konz.}_i [\text{mg/l}] * (\text{Wertigk.}_i)^2 / \text{Molekulargewicht}_i)$$

$$\text{Ionenaktivität} = 10^{**(-0,5 * (\frac{\sqrt{IS}}{1 + \sqrt{IS}} - 0,3 * IS))}$$

Aus der gemessenen und der korrigierten theoretischen Leitfähigkeit wird der Quotient Q_{lf} berechnet:

$$\text{Q}_{lf} = \text{LF korr. berechnet} / \text{LF gemessen}$$

Dieser soll

- zwischen 0,9 und 1,1 liegen, wenn die Leitfähigkeit der Lösung $>20 \mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$ ist
- zwischen 0,8 und 1,2, wenn die Leitfähigkeit der Lösung 10 bis $20 \mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$ ist
- zwischen 0,7 und 1,3, wenn die Leitfähigkeit der Lösung $< 10 \mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$ ist

Durchführung:

Nach der Messung aller Ionen einer Wasserprobe, die einen wesentlichen Anteil an den Ionensummen haben (Hauptelemente, pH) und der Messung von Gesamtkohlenstoff, anorganischem Kohlenstoff sowie der Alkalinität und der Leitfähigkeit werden die Analysedaten in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Ionenbilanz NFV die Ionenbilanz- und Leitfähigkeitsbilanzberechnung durchgeführt und anschließend bewertet.

Es werden folgende Bewertungen vergeben:

- **ok**, falls die Werte für Q_{bal} und Q_{lf} innerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen
- **IB ok, LF nicht ok**, falls nur die Werte für Q_{bal} innerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	3

- **LF ok, IB nicht ok**, falls nur die Werte für Qelf innerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen
- **LF nicht ok, IB nicht ok**, falls sowohl die Werte für Qelf als auch die Werte für Qbal außerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

- Proben, bei denen nur der Qbal-Wert ausserhalb des jeweils zugelassenen Bereichs liegt, werden für richtig befunden, wenn die Corg-Konzentration über 20 mg/l liegt. Es werden keine Nachmessungen durchgeführt.
- Proben, bei denen nur der Qbal-Wert ausserhalb des jeweils zugelassenen Bereichs liegt, werden für richtig befunden, wenn die Corg-Konzentration über 10 mg/l und der Leitfähigkeitswert unter 50 µS/cm liegt. Es werden keine Nachmessungen durchgeführt.
- Proben, bei denen nur der Qelf-Wert oder der Qelf- und der Qbal-Wert ausserhalb des jeweils zugelassenen Bereichs liegt, werden i.d.Regel nachgemessen. Ausnahme: die Leitfähigkeitswerte weichen weniger als ± Bestimmungsgrenze voneinander ab.
- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden.

Die Nachmessungsergebnisse werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung erneut durchgeführt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung, so werden keine weiteren Nachmessungen durchgeführt. Die Nichteinhaltung der Qualitätskriterien wird akzeptiert und die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung "Nachmessung bestätigt Originalmessung".

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für Qbal und/oder Qelf, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Werden für einzelne Parameter Abweichungen grösser als 10 % von der Originalmessung gefunden, was aber dennoch nicht zur Einhaltung der Qualitätskriterien führt, so wird eine dritte Messung durchgeführt. Werden bei einer dritten Messung wieder andere Messwerte gefunden (Abweichungen von mehr als 10 %), so werden die Messwerte der jeweiligen Parameter mit dem Vermerk „unsicher“ versehen. Es werden dann keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigt sich die 2. Messung durch eine dritte Nachmessung, so ist die Originalmessung als falsch zu bewerten. In diesem Fall muss befürchtet werden, dass bei der Messung der betroffenen Parameter grundsätzlich Fehler gemacht wurden. Deshalb werden dann die Messungen von 10 Proben vor und nach der falschen Probe wiederholt. Wird festgestellt, daß ab einer bestimmten Probe vor und nach der falschen Probe die Ergebnisse der zwei Messungen übereinstimmen, so werden die Ergebnisse der falschen Messungen mit denen der Nachmessungen überschrieben und die Originalmessungen verworfen.

Stellt sich heraus, daß alle Messungen eines Elementes oder Gerätes (z.B. ICP) zu hoch oder zu niedrig sind, so wird ein Eichproblem vermutet, und alle Messungen eines Laufs an dem entsprechenden Gerät wiederholt und bei Abweichungen korrigiert.

Ergibt sich aus den Nachmessungen der 10 Proben vor und nach der falschen Probe keine plausible Erklärung, da alle oder mehrere von einander abweichen, so werden die Messungen an den Geräten, wo die Probleme aufgetreten sind, für die ganze Serie wiederholt.

Bei den von einander abweichenden Messungen werden wieder dritte Messungen durchgeführt und die Originalmessungen bei Bestätigung der zweiten Messung durch die Nachmessung ersetzt, bzw. mit der Bemerkung „unsicher“ versehen, wenn keine zwei übereinstimmenden Ergebnisse gefunden werden können.

I
B

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	4

I
B

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB3.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.7.2007

I O N E N B I L A N Z / L E I T F Ä H I G K E I T S B I L A N Z (NFV ohne Alkalinität)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Zur Qualitätskontrolle der Analysedaten von Wasserproben wird durch eine Plausibilitätsrechnung geprüft, ob die Anionensumme gleich der Kationensumme ist und die gemessene Leitfähigkeit mit der aus den gemessenen Einzelionenkonzentrationen berechneten Leitfähigkeit übereinstimmt. Diese Berechnung basiert auf zwei Annahmen:

a. Die Summe der Ionenäquivalente der Kationen ist gleich der Summe der Ionenäquivalente der Anionen. Dabei wird die Anionen- bzw Kationensumme wie folgt berechnet:

$$\text{Anionensumme} = \text{SO}_4^{2-} + \text{Cl}^- + \text{NO}_3^- + \text{PO}_4^{3-} + \text{HCO}_3^- + \text{OH}^- [\text{meq/l}] + \text{Corg} * \text{Ladungsfaktor}^{(1)} [\text{meq/l}]$$

(mit $\text{HCO}_3^- = (10^{*(\text{pH}-11,3)}) * 1000$ und $\text{OH}^- = (10^{*(\text{pH}-14)}) * 1000$)

(Ladungsfaktor⁽¹⁾: Auf der Basis von mehreren tausend untersuchten Proben der verschiedenen Probenarten wurden folgende Ladungsfaktoren für die gelöste org. Substanz ermittelt:

Kronentraufen: 0,031 Ladungen/C-Atom

Stammanläufe: 0,035 Ladungen/C-Atom

Lysimeterlösungen: 0,11 Ladungen/C-Atom)

$$\text{Kationensumme} = \text{H}^+ + \text{Na}^+ + \text{K}^+ + \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} + \text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + \text{Al}^{3+} + \text{NH}_4^+ [\text{meq/l}]$$

Aus Kationen- und Anionensumme wird der Quotient Qbal berechnet:

$$\text{Qbal} = \text{Kationensumme} / \text{Anionensumme}$$

Der aus diesen Summen gebildete Quotient Qbal (= Kationensumme / Anionensumme) soll

- zwischen 0,9 und 1,1 liegen, wenn die Leitfähigkeit der Lösung $>20 \mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$ ist
- zwischen 0,8 und 1,2 liegen, wenn die Leitfähigkeit der Lösung $<20 \mu\text{s}\cdot\text{cm}^{-1}$ ist.

b. Die gemessene Leitfähigkeit der Probe ist gleich der aus den Ionenäquivalenten berechneten theoretischen Leitfähigkeit.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB3.1	2

$$\text{LF berechnet} = 10^{-\text{pH}} \cdot 1000 \cdot 349,65 + 10^{\text{pH}-14} \cdot 1000 \cdot 198 + 10^{\text{pH}-11,3} \cdot 1000 \cdot 44,5$$

$$+ \sum_i (\text{Konz. I [mg/l]} \cdot \text{LF-Faktor}_i \cdot \text{Wertigkeit}_i / \text{Molekulargewicht}_i)$$

(i = Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Al³⁺, NH₄⁺, SO₄²⁻, Cl⁻, NO₃⁻, Pges)

Element	LF-Faktor
Al	61
Ca	59,47
Cl	76,4
Fe	54
K	73,48
Mg	53
Mn	53,5
Na	50,08
NH ₄ ⁺	73,5
NO ₃ ⁻	71,42
Pges	33
SO ₄ ²⁻	80

I
B

Bei der Berechnung der theoretischen Leitfähigkeit wird der Einfluss der Gesamtionenkonzentration durch einen Konzentrationskorrekturfaktor berücksichtigt.

Bei der Berechnung der theoretischen Leitfähigkeit wird der Einfluss der Gesamtionenkonzentration durch einen Konzentrationskorrekturfaktor berücksichtigt:

$$\text{LF korr berechnet} = \text{LF berechnet} \cdot (\text{Ionenaktivität})^2$$

$$\text{Ionensumme berechnet (IS)} = 0,5 \sum_i (\text{Konz.}_i \text{ [mg/l]} \cdot (\text{Wertigk.}_i)^2 / \text{Molekulargewicht}_i)$$

$$\text{Ionenaktivität} = 10^{**}(-0,5 * (\frac{\sqrt{IS}}{1 + \sqrt{IS}} - 0,3 * IS))$$

Aus der gemessenen und der korrigierten theoretischen Leitfähigkeit wird der Quotient Q_{lf} berechnet:

$$\text{Q}_{lf} = \text{LF korr. berechnet} / \text{LF gemessen}$$

Dieser soll

- zwischen 0.9 und 1.1 liegen, wenn die Leitfähigkeit der Lösung >20 μs·cm⁻¹ ist
- zwischen 0,8 und 1,2, wenn die Leitfähigkeit der Lösung 10 bis 20 μs·cm⁻¹ ist
- zwischen 0,7 und 1,3, wenn die Leitfähigkeit der Lösung < 10 μs·cm⁻¹ ist

Durchführung:

Nach der Messung aller Ionen einer Wasserprobe, die einen wesentlichen Anteil an den Ionensummen haben (Hauptelemente, pH) und der Messung von Gesamtkohlenstoff, anorganischem Kohlenstoff und der Leitfähigkeit werden die Analysedaten in das Labordaten- Informations- und Managementsystem LIMS eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Ionenbilanz NFV-Alkalinität die Ionenbilanz- und Leitfähigkeitsbilanzberechnung durchgeführt und anschließend bewertet.

Es werden folgende Bewertungen vergeben:

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB3.1	3

- **ok**, falls die Werte für Qbal **und** Qelf innerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen
- **IB ok, LF nicht ok**, falls nur die Werte für Qbal innerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen
- **LF ok, IB nicht ok**, falls nur die Werte für Qelf innerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen
- **LF nicht ok, IB nicht ok**, falls sowohl die Werte für Qelf als auch die Werte für Qbal außerhalb des für die jeweils gemessene Leitfähigkeit erlaubten Bereichs liegen

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

- Proben, bei denen nur der Qbal-Wert ausserhalb des jeweils zugelassenen Bereichs liegt, werden für richtig befunden, wenn die Corg-Konzentration über 20 mg/l bzw. die Corg-Konzentration über 10 mg/l und die gemessene Leitfähigkeit unter 50 µS/cm liegt. Es werden keine Nachmessungen durchgeführt.
- Proben, bei denen nur der Qelf-Wert oder der Qelf- und der Qbal-Wert ausserhalb des jeweils zugelassenen Bereichs liegt, werden in der Regel nachgemessen. . Ausnahme: die Leitfähigkeitswerte weichen weniger als ± Bestimmungsgrenze voneinander ab.
- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden.

Die Nachmessungsergebnisse werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung erneut durchgeführt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung, so werden keine weiteren Nachmessungen durchgeführt. Die Nichteinhaltung der Qualitätskriterien wird akzeptiert und die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung "Nachmessung bestätigt Originalmessung".

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für Qbal und/oder Qelf, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Werden für einzelne Parameter Abweichungen grösser als 10 % von der Originalmessung gefunden, was aber dennoch nicht zur Einhaltung der Qualitätskriterien führt, so wird eine dritte Messung durchgeführt. Werden bei einer dritten Messung wieder andere Messwerte gefunden (Abweichungen von mehr als 10 %), so werden die Messwerte der jeweiligen Parameter mit dem Vermerk „unsicher“ versehen. Es werden dann keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigt sich die 2. Messung durch eine dritte Nachmessung, so ist die Originalmessung als falsch zu bewerten. In diesem Fall muss befürchtet werden, dass bei der Messung der betroffenen Parameter grundsätzlich Fehler gemacht wurden. Deshalb werden dann die Messungen von 10 Proben vor und nach der falschen Probe wiederholt. Wird festgestellt, dass ab einer bestimmten Probe vor und nach der falschen Probe die Ergebnisse der zwei Messungen übereinstimmen, so werden die Ergebnisse der falschen Messungen mit denen der Nachmessungen überschrieben und die Originalmessungen verworfen.

Stellt sich heraus, daß alle Messungen eines Elementes oder Gerätes (z.B. ICP) zu hoch oder zu niedrig sind, so wird ein Eichproblem vermutet, und alle Messungen eines Laufs an dem entsprechenden Gerät wiederholt und bei Abweichungen korrigiert.

Ergibt sich aus den Nachmessungen der 10 Proben vor und nach der falschen Probe keine plausible Erklärung, da alle oder mehrere von einander abweichen, so werden die Messungen an den Geräten, wo die Probleme aufgetreten sind, für die ganze Serie wiederholt.

Bei den von einander abweichenden Messungen werden wieder dritte Messungen durchgeführt und die Originalmessungen bei Bestätigung der zweiten Messung durch die Nachmessung ersetzt, bzw.

I
B

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB3.1	4

mit der Bemerkung „unsicher“ versehen, wenn keine zwei übereinstimmenden Ergebnisse gefunden werden können.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.1.2004

I O N E N B I L A N Z (EU)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Zur Qualitätskontrolle der Analysedaten von Wasserproben wird geprüft, ob die Anionensumme gleich der Kationensumme ist. Die Summe der Ionenäquivalente der Kationen muss gleich der Summe der Ionenäquivalente der Anionen sein. Dabei wird die Anionen- bzw. Kationensumme wie folgt berechnet:

$$\text{Anionensumme} = \text{SO}_4^{2-} + \text{Cl}^- + \text{NO}_3^- + \text{PO}_4^{3-} + \text{Alkalinität} \text{ [meq/l]}$$

$$\text{Kationensumme} = \text{H}^+ + \text{Na}^+ + \text{K}^+ + \text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+} + \text{Fe}^{3+} + \text{Mn}^{2+} + \text{Al}^{3+} + \text{NH}_4^+ \text{ [meq/l]}$$

Aus Kationen- und Anionensumme werden die Ionensumme und Ionenbilanz-Differenz berechnet:

$$\text{Ionensumme} = \text{Anionensumme} + \text{Kationensumme}$$

$$\text{Differenz IB} = 100 * \text{abs} [\text{Kationensumme} - \text{Anionensumme}] / 0,5 * \text{Ionensumme}$$

Die Differenz IB soll

- < 60 sein, wenn die Ionensumme < 0,05 ist
- < 30 sein, wenn die Ionensumme zwischen 0,05 und 0,1 liegt
- < 15 sein, wenn die Ionensumme zwischen 0,1 und 0,5 liegt
- < 10 sein, wenn die Ionensumme > 0,5 ist

Durchführung:

Nach der Messung aller Ionen einer Wasserprobe, die einen wesentlichen Anteil an den Ionensummen haben (Hauptelemente, pH) und der Messung der Alkalinität werden die Analysedaten in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Ionenbilanz EU die Ionenbilanzberechnung durchgeführt und anschließend bewertet.

Wird eine der oben genannten Bedingungen erfüllt, so erfolgt die Bewertung **ok**, ansonsten die Bewertung **nicht ok**.

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

I
B
E
U

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	2

- Bei Proben mit der Bewertung **nicht ok** wird die gemessene Corg-Konzentration betrachtet; liegt sie über 20 mg/l, so wird wegen der Nichtberücksichtigung der organischen Anionen in der Ionenbilanz die falsche Ionenbilanz akzeptiert.

- Bei Proben mit der Bewertung **nicht ok** und Corg-Konzentration unter 20 mg/l wird eine Nachmessung durchgeführt.

- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden.

Die Nachmessungsergebnisse werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung erneut durchgeführt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung, so werden keine weiteren Nachmessungen durchgeführt. Die Nichteinhaltung der Qualitätskriterien wird akzeptiert und die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung "Nachmessung bestätigt Originalmessung".

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung (<10 %, <± Bestimmungsgrenze) und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für die Ionenbilanz-Differenz, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Werden für einzelne Parameter Abweichungen größer als 10 % von der Originalmessung gefunden, was aber dennoch nicht zur Einhaltung der Qualitätskriterien führt, so wird eine dritte Messung durchgeführt. Werden bei einer dritten Messung wieder andere Messwerte gefunden (Abweichungen von mehr als 10 %), so werden die Messwerte der jeweiligen Parameter mit dem Vermerk „unsicher“ versehen. Es werden dann keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigt sich die 2. Messung durch eine dritte Nachmessung, so ist die Originalmessung als falsch zu bewerten. In diesem Fall muss befürchtet werden, dass bei der Messung der betroffenen Parameter grundsätzlich Fehler gemacht wurden. Deshalb werden dann die Messungen von 10 Proben vor und nach der falschen Probe wiederholt. Wird festgestellt, dass ab einer bestimmten Probe vor und nach der falschen Probe die Ergebnisse der zwei Messungen übereinstimmen, so werden die Ergebnisse der falschen Messungen mit denen der Nachmessungen überschrieben und die Originalmessungen verworfen.

Stellt sich heraus, dass alle Messungen eines Elementes oder Gerätes (z.B. ICP) zu hoch oder zu niedrig sind, so wird ein Eichproblem vermutet, und alle Messungen eines Laufs an dem entsprechenden Gerät wiederholt und bei Abweichungen korrigiert.

Ergibt sich aus den Nachmessungen der 10 Proben vor und nach der falschen Probe keine plausible Erklärung, da alle oder mehrere von einander abweichen, so werden die Messungen an den Geräten, wo die Probleme aufgetreten sind, für die ganze Serie wiederholt.

Bei den von einander abweichenden Messungen werden wieder dritte Messungen durchgeführt und die Originalmessungen bei Bestätigung der zweiten Messung durch die Nachmessung ersetzt, bzw. mit der Bemerkung „unsicher“ versehen, wenn keine zwei übereinstimmenden Ergebnisse gefunden werden können.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	1

Datum: 01.1.2004

Qualitätskontrolle:

LEITFÄHIGKEITSBILANZ (EU)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Zur Qualitätskontrolle der Analysedaten von Wasserproben wird geprüft, ob die gemessene Leitfähigkeit mit der aus den gemessenen Einzelionenkonzentrationen berechneten Leitfähigkeit übereinstimmt.

$$\text{LF berechnet} = 10^{-\text{pH}} \cdot 1000 \cdot 349,65 + \sum_i (\text{Konz.}_i \text{ [mg/l]} \cdot \text{LF-Fakt.}_i \cdot \text{Wertigk.}_i / \text{Molekulargew.}_i)$$

(i = Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Al³⁺, NH₄⁺, SO₄²⁻, Cl⁻, NO₃⁻, Pges, Alkalinität)

Element	LF-Faktor
Al	61
Alkalinität	44,4
Ca	59,47
Cl	76,4
Fe	54
K	73,48
Mg	53
Mn	53,5
Na	50,08
NH ₄ ⁺	73,5
NO ₃ ⁻	71,42
Pges	33
SO ₄ ²⁻	80

i = H⁺, Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Al³⁺, NH₄⁺, SO₄²⁻, Cl⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, Alkalinität)

Bei der Berechnung der theoretischen Leitfähigkeit wird der Einfluss der Gesamtionenkonzentration durch einen Konzentrationskorrekturfaktor berücksichtigt:

$$\text{LF korr berechnet} = \text{LF berechnet} \cdot (\text{Ionenaktivität})^2$$

$$\text{Ionensumme berechnet (IS)} = 0,5 \sum_i (\text{Konz.}_i \text{ [mg/l]} \cdot (\text{Wertigk.}_i)^2 / \text{Molekulargewicht}_i)$$

$$\text{Ionenaktivität} = 10^{**(-0,5 * (\frac{\sqrt{IS}}{1 + \sqrt{IS}} - 0,3 * IS))}$$

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

L
F
E
U

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	2

Aus der gemessenen und der konzentrationsabhängig korrigierten theoretischen Leitfähigkeit wird die Leitfähigkeitsdifferenz berechnet:

$$\text{Differenz LF} = 100 * \text{abs}[\text{LF korrr. berechnet} - \text{LF gemessen}] / \text{LF gemessen}$$

Die Differenz LF soll

- < 30 sein, wenn die gemessene Leitfähigkeit < 10 $\mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ ist
- < 20 sein, wenn die gemessene Leitfähigkeit zwischen 10 und 20 $\mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ liegt
- < 10 sein, wenn die gemessene Leitfähigkeit > 20 $\mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}$ ist

Durchführung:

Nach der Messung aller Ionen einer Wasserprobe, die einen wesentlichen Anteil an den Ionensummen haben (Hauptelemente, pH) und der Messung der Alkalinität und der Leitfähigkeit werden die Analysedaten in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingelesen. Im Untermenü Qualitätsprüfungen wird unter dem Punkt Leitfähigkeitsbilanz EU die Leitfähigkeitsbilanzberechnung durchgeführt und anschließend bewertet.

Wird eine der oben genannten Bedingungen erfüllt, so erfolgt die Bewertung **ok**, ansonsten die Bewertung **nicht ok**.

Nach erfolgter Bewertung durch das LIMS wird entschieden, an welchen Proben Wiederholungsmessungen durchgeführt werden müssen:

- Bei allen Proben mit der Bewertung **nicht ok** wird eine Nachmessung durchgeführt.
- Proben, bei denen nicht alle in die Plausibilitätsrechnungen eingehenden Messwerte (s.o.) bestimmt wurden, können durch die Plausibilitätsrechnung nicht beurteilt werden.

Die Nachmessungsergebnisse werden ins LIMS eingegeben und die Qualitätsprüfung erneut durchgeführt.

Bestätigen sich die Ergebnisse der ersten Messung durch die der zweiten Messung, so werden keine weiteren Nachmessungen durchgeführt. Die Nichteinhaltung der Qualitätskriterien wird akzeptiert und die Proben erhalten in der Qualitätsprüfung die Bemerkung "Nachmessung bestätigt Originalmessung".

Werden bei der zweiten Messung für einzelne Parameter andere Ergebnisse gefunden als bei der ersten Messung (<10 %, < \pm Bestimmungsgrenze) und führt dies dann zur Einhaltung der Qualitätskriterien für die Leitfähigkeitsbilanz-Differenz, so werden die neuen Werte übernommen und keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Werden für einzelne Parameter Abweichungen größer als 10 % von der Originalmessung gefunden, was aber dennoch nicht zur Einhaltung der Qualitätskriterien führt, so wird eine dritte Messung durchgeführt. Werden bei einer dritten Messung wieder andere Messwerte gefunden (Abweichungen von mehr als 10 %), so werden die Messwerte der jeweiligen Parameter mit dem Vermerk „unsicher“ versehen. Es werden dann keine weiteren Nachmessungen durchgeführt.

Bestätigt sich die 2. Messung durch eine dritte Nachmessung, so ist die Originalmessung als falsch zu bewerten. In diesem Fall muss befürchtet werden, dass bei der Messung der betroffenen Parameter grundsätzlich Fehler gemacht wurden. Deshalb werden dann die Messungen von 10 Proben vor und nach der falschen Probe wiederholt. Wird festgestellt, dass ab einer bestimmten Probe vor und nach der falschen Probe die Ergebnisse der zwei Messungen übereinstimmen, so werden die Ergebnisse der falschen Messungen mit denen der Nachmessungen überschrieben und die Originalmessungen verworfen.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	3

Stellt sich heraus, dass alle Messungen eines Elementes oder Gerätes (z.B. ICP) zu hoch oder zu niedrig sind, so wird ein Eichproblem vermutet, und alle Messungen eines Laufs an dem entsprechenden Gerät wiederholt und bei Abweichungen korrigiert.

Ergibt sich aus den Nachmessungen der 10 Proben vor und nach der falschen Probe keine plausible Erklärung, da alle oder mehrere von einander abweichen, so werden die Messungen an den Geräten, wo die Probleme aufgetreten sind, für die ganze Serie wiederholt.

Bei den von einander abweichenden Messungen werden wieder dritte Messungen durchgeführt und die Originalmessungen bei Bestätigung der zweiten Messung durch die Nachmessung ersetzt, bzw. mit der Bemerkung „unsicher“ versehen, wenn keine zwei übereinstimmenden Ergebnisse gefunden werden können.

**L
F
E
U**

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	4

**L
F
E
U**

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Stickstoff-Bilanz	QNaCIV1.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2005

Na/Cl – V E R H Ä L T N I S

Prinzip der Qualitätskontrolle:

In Freiland-Niederschlägen, Kronentraufen und Stammabläufen wird in unseren Breitengraden das Verhältnis von Na- zu Cl-Ionen im Wesentlichen durch den Eintrag von NaCl aus dem Meerwasser bestimmt. Deshalb sollte das molare Na/Cl-Verhältnis im Bereich 0,5 bis 1,5 liegen.

In den Depositionswasserproben wird deshalb eine Prüfung des Na/Cl-Verhältnisses durchgeführt.

Durchführung:

Die Messwerte für Na und Cl werden in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingeben. Die Umrechnung der Messwerte von mg/l in mol/l findet dort ebenso statt wie die Berechnung des Na/Cl-Verhältnisses. Es erfolgt eine automatische Prüfung, ob das Verhältnis im Bereich von 0,5 bis 1,5 liegt. Bei Proben, bei denen das Verhältnis nicht in diesem Bereich liegt, wird zunächst die Ionenbilanz geprüft. Ist diese ausgeglichen, werden auch die Na- und Cl-Ergebnisse akzeptiert. Stimmt die Ionenbilanz nicht, so müssen die Proben ein zweites Mal auf Na und Cl untersucht werden. Tritt erneut eine zu hohe Abweichung auf, wird in der Qualitätsprüfung im LIMS der Vermerk „durch Nachmessung bestätigt“ angegeben.

N
A
C
L
V

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Stickstoff-Bilanz	QNaCIV1.1	2

**N
A
C
L
V**

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Stickstoff-Bilanz	QNB1.2	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.02.2000

STICKSTOFF - BILANZ

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Der Gesamtstickstoffgehalt setzt sich zusammen aus dem organisch gebundenen Stickstoff, dem Nitratstickstoff, dem Ammoniumstickstoff und in Ausnahmefällen (reduzierende Bedingungen in der Probe) dem Nitritstickstoff. Der Nitritstickstoff wird bei der Bestimmung von Nitrat miterfasst. Die Summe von Nitratstickstoff und Ammoniumstickstoff kann niemals grösser als der Gehalt an Gesamtstickstoff sein. Sie kann höchstens gleich dem gemessenen Gesamtstickstoff sein, wenn kein organischer Stickstoff in der Probe vorhanden ist.

Es ergibt sich hieraus folgender Zusammenhang, der zur Plausibilitätskontrolle der Messungen verwendet wird:

$$N_{\text{ges}} - \text{NO}_3\text{-N} - \text{NH}_4\text{-N} > -0,3$$

Zu geringfügigen negativen Abweichungen kann es aufgrund von zulässigen Messtoleranzen kommen. Diese werden bis zu einem Wert von $-0,3 \text{ mg/l}$ zugelassen, da die Bestimmungsgrenzen der gemessenen Parameter bei $0,2$ bis $0,3 \text{ mg/l}$ liegen.

Durchführung:

Die Messwerte der Stickstoffparameter werden in das Labordaten-Informations- und Managementsystem LIMS eingeben bzw. eingelesen. Die Verrechnung der Messwerte findet dort mit der Formel $N_{\text{ges}} - \text{NO}_3\text{-N} - \text{NH}_4\text{-N} > -0,3$ statt. Die Proben, bei denen die Abweichung größer als $-0,3$ ist, müssen ein zweites Mal auf alle Stickstoff-Parameter gemessen werden. Tritt erneut eine zu hohe Abweichung auf, wird in der Qualitätsprüfung im LIMS der Vermerk „durch Nachmessung bestätigt“ angegeben; die Stickstoffparameter müssen im LIMS mit der Bemerkung „unsicher“ versehen werden.

N
B

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Stickstoff-Bilanz	QNB1.2	2

N
B

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Standardmaterial	QStM1.1	1

Qualitätskontrolle:

Datum: 01.01.2001

STANDARD - MATERIAL (Lösung)

Prinzip der Qualitätskontrolle:

Um die Reproduzierbarkeit und richtige Durchführung einer Elementbestimmungsmethode zu überprüfen, wird Standard-Material, dessen Zusammensetzung bekannt ist, in den Analysenserien mituntersucht. Bei vom Sollwert abweichenden Ergebnissen kann aus der Art der Abweichung oftmals auf die Art und Ursache des Fehlers geschlossen werden.

Da die Standards in regelmäßigen Abständen in der Probenserie mitbearbeitet werden, können zudem Vertauschungen von Proben beim Um- und Abfüllen festgestellt und als Konsequenz Blöcke mit vertauschten Proben erneut bearbeitet werden.

Als Standard-Material dienen zertifizierte Standards oder selbst hergestellte Standardmaterial-Lösungen, deren Homogenität geprüft und deren Zusammensetzung in unabhängigen Analysen ermittelt worden ist.

Die Ergebnisse der Standard-Material-Untersuchungen werden für jeden Parameter in die jeweilige Kontrollkarte des Standards eingetragen und die langfristige Konzentrationsentwicklung des Standards erfasst. Bei Trends oder größer werdenden Streuungen muss die Methode oder das Messgerät überprüft werden.

Durchführung:

In einer Analysenserie werden in unregelmäßigen Abständen Standard-Material-Lösungen mit untersucht.

Nach der Analyse werden die gemessenen Gehalte mit den Sollwerten verglichen. Die Sollwerte und die erlaubten prozentualen Abweichungen sind in den jeweiligen Elementbestimmungsmethoden angegeben.

Bei Abweichungen vom Sollwert können falsch eingestellte Geräteparameter, Ausfällungen oder Verschleppungen die Ursache sein.

Weichen die Ergebnisse aller Standard-Lösungen einer Serie in ähnlicher Weise vom Sollwert ab, so muss nach der Ursachenermittlung (z.B. falsche Eichstandards) die gesamte Serie neu bearbeitet werden. Bei Abweichungen einzelner Standards kann es nach Klärung der Ursachen (z.B. Vertauschungen von Proben und Standards) ausreichen, nur bestimmte Probenblöcke erneut zu bearbeiten.

Die Kontrollkarten für alle Parameter der Standard-Material-Lösung werden über das LIMS (Laborinformations- und Management-System) automatisch geführt.

S
T
M

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
---	König, N. et al.: Quality assurance and control in laboratories. Manual Part XVI. In: Manual on Methods and Criteria for Harmonized Sampling, Assessment, monitoring and Analysis of the Effects of Air Pollution on Forests UNECE ICP Forests Programme Coordinating Centre, Hamburg 2010. pp 53.

Probenart	Methode	Methoden-Nr.	Seite
Lösungen	Standardmaterial	QStM1.1	2

Datum: 01.01.2001

S
T
M

ELEMENTBESTIMMUNGSMETHODEN

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1	1

Al

ALUMINIUM

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0009	0,003	400

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D1.1.6.2
HFA-Code	0422022 (167.079 nm, axial), 0422000 (308.215 nm, axial), 0412000 (308.215 nm, radial), 0412024 (237,312 nm, radial)

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird für den Konzentrationsbereich bis 20 mg/l eine axiale Plasmabetrachtung gewählt. Oberhalb dieses Bereichs wird das Plasma radial betrachtet.

Störungen:

Das Element Eisen stört bei der Linie Al 167.079 durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelement-Korrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1	2

Al

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Al: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Al

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Al-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben.

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,025 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1	3

Al

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,25 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2,5 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 7,5 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1	4

Al

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 5 ml des 10 g/l Al enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Al auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Al
KW 1	1,0 mg/l Al
KW 2	20,0 mg/l Al
KW 3	50,0 mg/l Al
KW 4	100,0 mg/l Al
KW 5	10,0 mg/l Al
KW 6	300,0 mg/l Al
KW 7	5,0 mg/l Al
KW 8	200,0 mg/l Al

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l Al

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1	5

Al

Methoden-Nr.	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [mg/l]: Standards:	Al 167.079 axial BG – 1 Blank KW 1	Al 308.215 axial 1 - 20 Blank KW 1 KW 2 KW 5 KW 7	Al 308.215 radial 20 – 100 KW 2 KW 3 KW 4 KW 5 KW 7	Al 237.312 radial 100 - OMG KW 3 KW 4 KW 6 KW 8
Bemerkungen:	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 4 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 2 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl: 2	Fensterweite: 14 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 3 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 14 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 14 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 3 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 14 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 12 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 10 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1	6

Al

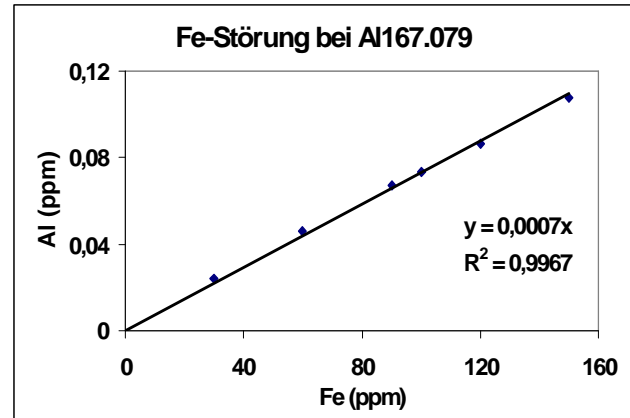
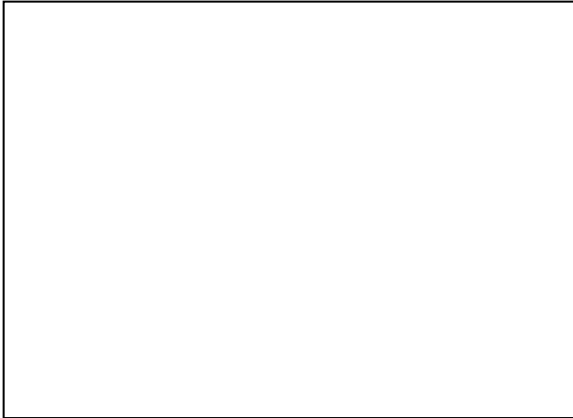
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Al-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Fe (90 ppm) Störung bei Al167.079 (100 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = 0,0007)



Der Interelementkorrekturfaktor muss in regelmäßigen Abständen angepasst werden.

Anhang Nr.

1

 für

Al	Alges	ICP(sim)	AlAlgesICP19.1
----	-------	----------	----------------

Al

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK37	TITRATOR	ALK37TIT2.1	-	1

Alk

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 29.10.2009

ALKALINITÄT PH 3.7

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ALK1.1	(20 µmol/l)		

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ALK1.1

Methodenverweise:

Norm	---
HFA	C2.1.3 und D76.1.4.1-3
HFA-Code	Untersuchungsmethode: 82000000; Elementbestimmungsmethode: 1022963

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität (Alkalinität, Säurekapazität, m-Wert) wird der Säure-Base-Status der Probe erfasst. Für die Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität gibt es verschiedene Methoden. Alle basieren jedoch auf der Titration der Probe mit einer schwachen Säure (0.01 M, 0.02 M HCl) zu einem definierten pH-Wert (4.5 oder 4.3), oder das Verfahren nach Gran, bei dem auf vier verschiedene pH-Werte titriert wird. In der Regel sind dies die pH-Werte 4.5, 4.3, 4.0, und 3.7. Die H⁺-Konzentrationen (mol) dieser pH-Werte werden gegen die verbrauchten Säureäquivalente aufgetragen und aus der Steigung und dem Achsenabschnitt die Alkalinität berechnet (s. AKALKGRANTIT1.1).

In dieser Methode wird die Titration der Probe zum Endpunkt pH 3.7 beschrieben. Der Säureverbrauch bis zu diesem pH-Wert wird in die Berechnung der Alkalinität nach Gran einbezogen.

Die Säurekapazität oder Alkalinität ist bei 1/3 aller Proben (natürliche Wässer) ausschließlich durch die Kohlensäurespezies bestimmt:

$$\text{Säurekapazität} = 2\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^- + \text{OH}^- - \text{H}^+ \text{ [mmol/l]}$$

Bei den verbleibenden 2/3 der Proben sind andere puffernde Substanzen (schwache organische (Huminsäuren), anorganische Säuren und Basen) vorhanden.

Störungen:

Durch Lagerung der Probe kann die Alkalinität/Säurekapazität durch mikrobielle und chemische Umsetzungen, sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung TIT3.1	Meesenburg, H. Untersuchungen zum Säure-Base-Status eines episodisch sauren Fließgewässers im Schwarzwald. Freiburger Geographische Hefte 51, 1997 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-, u. Schlammuntersuchung, 2000, H7 Höll K.: Wasser, 7. Aufl., 1986, S. 125ff Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16.Ed., 1985, S. 269ff

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK37	TITRATOR	ALK37TIT2.1	-	2

Alk

Analysengeräte und Zubehör:

Titratortimer TIM 865, Fa. Radiometer

Automatischer Probenehmer SAC80 mit Probenteller mit 20 Positionen und Rührer, Fa. Radiometer

Probengefäße, Gesamtvolumen 70 ml, für Probenvolumen 20 ml, PE, Fa. Radiometer

Software TitraMaster 85, Version 5.1.0, Fa. Radiometer

Orion Ross-pH-Kombinationselektrode 8104 BN

Temperaturfühler T201, Fa. Radiometer

Chemikalien:

Pufferlösungen: pH 4.0, 7.0 Fa. Merck

Pufferlösungen: pH 4.01, 7.00 Fa. Mettler-Toledo, Einzelportionen in Beuteln, zertifiziert

Aufbewahrungslösung für pH-Elektroden Fa. Metrohm

Elektrolytlösung für Ross-pH-Kombinationselektroden Fa. Orion

Salzsäure: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumhydroxid: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumcarbonat: Na₂CO₃ (p.a.)

Lösungen:

I 0.01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H₂O demin. auf 1 l auffüllen.

II 0.05 M Na₂CO₃ 2,65 g Na₂CO₃ wasserfrei in einen 500 ml Kolben geben und mit H₂O demin. auf 500 ml auffüllen.

III 0,001 M Na₂CO₃ 2 ml von Lösung II mit H₂O demin. auf 100 ml auffüllen

Haltbarkeit der verschiedenen Lösungen:

Reagenz:	Haltbarkeit		Bemerkungen
	offen (am Gerät)	Geschlossen im Kühlschrank	
I	1 Woche	2 Monate	/
II	1 Tag	8 Wochen	/
III	1 Tag	/	/

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK37	TITRATOR	ALK37TIT2.1	-	3

Alk

Eichung/Standards:

Einzelbestimmung:

<u>Eichstandards</u>	
Puffer	PH 7,0
Puffer	PH 4,0

Mehrelementbestimmung:

ALK40	ALK43	ALK45
7,0	7,0	7,0
4,0	4,0	4,0

Kontrollstandards:

Puffer	PH 4,00
Puffer	PH 4,01
Puffer	PH 7,00

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung TIT32.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	Asymmetriepotential/Nullpunkt und Steilheit /Empfindlichkeit) der Elektrode nach jeder Eichung kontrollieren. Empfindlichkeit: 90-103%, Nullpunkt 5,8-7,5
Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	s. Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Kontrollstandard	QKSt1.1	Puffer pH 4,0, 7,0; Messung der Puffer 7,0 und 4,0 nach der Eichung und am Ende der Messungen, erlaubte Abweichung +/- 0,02 s.o., bei höherer Abweichung wird die Eichung wiederholt, dann die Messung der 2 Kontrollpuffer wiederholt, und bei Messwerten der Kontrollpuffer innerhalb der Grenze +/- 0,02, die Proben vor der fehlerhaften Kontrolle bis zur letzten korrekten Kontrolle wiederholt. Na ₂ CO ₃ -Kontrollstandard 0,0001 M: zweimal nach der Eichung und einmal am Ende der Messung der Proben messen, bei 20 ml Lösung und Titration mit 0,01 M HCl sollte der Säureverbrauch 4,0 ± 0,1 ml betragen, bei fehlerhafter Kontrolle muss die Eichung bzw. müssen die Messungen der Proben wiederholt werden.
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK37	TITRATOR	ALK37TIT2.1	-	4

Alk

Auswertung/Datendokumentation:

Daten wie in TIT3.1 beschrieben abspeichern. Datenlisten abheften.

Methodenparameter Titrator TIM 900

Methodenparameter:

Methode:	Alkalinität		
Min. Bürettengeschw.:	1%	Max. Bürettengeschw.:	10,0%
Maximalvolumen:	15 ml		keine Vordosierung
Richtung:	Absteigend		Autoskalierung
Anzahl EPs:	4	Ergebniseinheit:	ml
Probemenge in:	Volumen	Ergebnis als:	Sum.
Endpunkt 1:	4,50 pH	Proportionalbande 1:	1,000 pH
Wartezeit 1:	10 Sekunden		
Endpunkt 2:	4,30 pH	Proportionalbande 2:	0,500 pH
Wartezeit 2:	5 Sekunden		
Endpunkt 3:	4,00 pH	Proportionalbande 3:	0,500 pH
Wartezeit 3:	5 Sekunden		
Endpunkt 4:	3,70 pH	Proportionalbande 4:	0,5000 pH
Wartezeit 4:	5 Sekunden		
Faktor 1:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname1:	pH 4,50	Ergebniseinheit 1:	ml
Faktor 2:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 2:	pH 4,30	Ergebniseinheit 2:	ml
Faktor 3:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 3:	pH 4,00	Ergebniseinheit 3:	ml
Faktor 4:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 4:	pH 3,70	Ergebniseinheit 4:	ml
<u>Titrant</u>	Salzsäure	Letzte Standardisierung:	16.5.2000
Konzentration:	0,0100 mol/l	Benutzer:	Supervisor
		Methode:	(Manuell eingegeben)
<u>Elektrode</u>	8104pHC	letzte Kalibrierung:	16.5.2000
Temperatur:	25 °C	Benutzer:	Supervisor
Nullpunkt:		Puffer 1:	7,010 pH
Empfindlichkeit:		Puffer 2:	4,000 pH
<u>Reagenzzugabe:</u>	(keine)	Rührzeit	10 sec
<u>Blank:</u>		Blankvolumen:	0,0000 ml
Rührgeschwindigkeit am Rührer selbst:	6		

Anhang Nr.

1

 für

ALK	ALK37	TITRATOR	ALK37TIT2.1
-----	-------	----------	-------------

Alk

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK40	TITRATOR	ALK40TIT2.1	-	1

Alk

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 29.10.2009

ALKALINITÄT PH 4.0

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ALK1.1	(20 µmol/l)		

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ALK1.1

Methodenverweise:

Norm	---
HFA	C2.1.3 und D76.1.4.1-3
HFA-Code	Untersuchungsmethode: 82000000; Elementbestimmung: 1022963

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität (Alkalinität, Säurekapazität, m-Wert) wird der Säure-Base-Status der Probe erfasst. Für die Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität gibt es verschiedene Methoden. Alle basieren jedoch auf der Titration der Probe mit einer schwachen Säure (0.01 M, 0.02 M HCl) zu einem definierten pH-Wert (4.5 oder 4.3), oder das Verfahren nach Gran, bei dem auf vier verschiedene pH-Werte titriert wird. In der Regel sind dies die pH-Werte 4.5, 4.3, 4.0, und 3.7. Die H⁺-Konzentrationen (mol) dieser pH-Werte werden gegen die verbrauchten Säureäquivalente aufgetragen und aus der Steigung und dem Achsenabschnitt die Alkalinität berechnet (s. AKALKGRANTIT1.1).

In dieser Methode wird die Titration der Probe zum Endpunkt pH 4.0 beschrieben. Der Säureverbrauch bis zu diesem pH-Wert wird in die Berechnung der Alkalinität nach Gran einbezogen.

Die Säurekapazität oder Alkalinität ist bei 1/3 aller Proben (natürliche Wässer) ausschließlich durch die Kohlensäurespezies bestimmt:

$$\text{Säurekapazität} = 2\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^- + \text{OH}^- - \text{H}^+ \text{ [mmol/l]}$$

Bei den verbleibenden 2/3 der Proben sind andere puffernde Substanzen (schwache organische (Huminsäuren), anorganische Säuren und Basen) vorhanden.

Störungen:

Durch Lagerung der Probe kann die Alkalinität/Säurekapazität durch mikrobielle und chemische Umsetzungen, sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung TIT3.1	Meesenburg, H. Untersuchungen zum Säure-Base-Status eines episodisch sauren Fließgewässers im Schwarzwald. Freiburger Geographische Hefte 51, 1997 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-, u. Schlammuntersuchung, 2000, H7 Höll k.: Wasser, 7. Aufl., 1986, S. 125ff Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16.Ed., 1985, S. 269ff

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK40	TITRATOR	ALK40TIT2.1	-	2

Alk

Analysengeräte und Zubehör:

Titratoren TIM 865, Fa. Radiometer

Automatischer Probenehmer SAC80 mit Probenteller mit 20 Positionen und Rührer, Fa. Radiometer

Probengefäße, Gesamtvolumen 70 ml, für Probenvolumen 20 ml, PE, Fa. Radiometer

Software TitraMaster 85, Version 5.1.0, Fa. Radiometer

Orion Ross-pH-Kombinationselektrode 8104 BN

Temperaturfühler T201, Fa. Radiometer

Chemikalien:

Pufferlösungen: pH 4.0, 7.0 Fa. Merck

Pufferlösungen: pH 4.01, 7.00 Fa. Mettler-Toledo, Einzelportionen in Beuteln, zertifiziert

Aufbewahrungslösung für pH-Elektroden Fa. Metrohm

Elektrolytlösung für Ross-pH-Kombinationselektroden Fa. Orion

Salzsäure: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumhydroxid: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumcarbonat: Na₂CO₃ (p.a.)

Lösungen:

I 0.01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H₂O demin. auf 1 l auffüllen.

II 0.05 M Na₂CO₃ 2,65 g Na₂CO₃ wasserfrei in einen 500 ml Kolben geben und mit H₂O demin. auf 500 ml auffüllen.

III 0,001 M Na₂CO₃ 2 ml von Lösung II mit H₂O demin. auf 100 ml auffüllen

Haltbarkeit der verschiedenen Lösungen:

Reagenz:	Haltbarkeit		Bemerkungen
	offen (am Gerät)	Geschlossen im Kühlschrank	
I	1 Woche	2 Monate	/
II	1 Tag	8 Wochen	/
III	1 Tag	/	/

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK40	TITRATOR	ALK40TIT2.1	-	3

Alk

Eichung/Standards:

Einzelbestimmung:

<u>Eichstandards</u>	
Puffer	PH 7,0
Puffer	PH 4,0

Mehrelementbestimmung:

ALK40	ALK43	ALK45
7,0	7,0	7,0
4,0	4,0	4,0

Kontrollstandards:

Puffer	PH 4,00
Puffer	PH 4,01
Puffer	PH 7,00

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung TIT 3.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	Asymmetriepotential/Nullpunkt und Steilheit /Empfindlichkeit) der Elektrode nach jeder Eichung kontrollieren. Empfindlichkeit: 90-103%, Nullpunkt 5,8-7,5
Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	s. Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Kontrollstandard	QKSt1.1	Puffer pH 4,0, 7,0; Messung der Puffer 7,0 und 4,0 nach der Eichung und alle 10 Proben, erlaubte Abweichung +/- 0,02 s.o., bei höherer Abweichung wird die Eichung wiederholt, dann die Messung der 2 Kontrollpuffer wiederholt, und bei Messwerten der Kontrollpuffer innerhalb der Grenze +/- 0,02, die Proben vor der fehlerhaften Kontrolle bis zur letzten korrekten Kontrolle wiederholt Na ₂ CO ₃ -Kontrollstandard 0,0001 M: zweimal nach der Eichung und einmal am Ende der Messung der Proben messen, bei 20 ml Lösung und Titration mit 0,01 M HCl sollte der Säureverbrauch 4,0 ± 0,1 ml betragen, bei fehlerhafter Kontrolle muss die Eichung bzw. müssen die Messungen der Proben wiederholt werden.
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK40	TITRATOR	ALK40TIT2.1	-	4

Alk

Auswertung/Datendokumentation:

Daten wie in TIT3.1 beschrieben abspeichern. Datenlisten abheften.

Methodenparameter Titrator TIM 900

Methodenparameter:

Methode:	Alkalinität		
Min. Bürettengeschw.:	1%	Max. Bürettengeschw.:	10,0%
Maximalvolumen:	15 ml		keine Vordosierung
Richtung:	Absteigend		Autoskalierung
Anzahl EPs:	4	Ergebniseinheit:	ml
Probemenge in:	Volumen	Ergebnis als:	Sum.
Endpunkt 1:	4,50 pH	Proportionalbande 1:	1,000 pH
Wartezeit 1:	10 Sekunden		
Endpunkt 2:	4,30 pH	Proportionalbande 2:	0,500 pH
Wartezeit 2:	5 Sekunden		
Endpunkt 3:	4,00 pH	Proportionalbande 3:	0,500 pH
Wartezeit 3:	5 Sekunden		
Endpunkt 4:	3,70 pH	Proportionalbande 4:	0,5000 pH
Wartezeit 4:	5 Sekunden		
Faktor 1:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname1:	pH 4,50	Ergebniseinheit 1:	ml
Faktor 2:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 2:	pH 4,30	Ergebniseinheit 2:	ml
Faktor 3:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 3:	pH 4,00	Ergebniseinheit 3:	ml
Faktor 4:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 4:	pH 3,70	Ergebniseinheit 4:	ml
<u>Titrant</u>	Salzsäure	Letzte Standardisierung:	16.5.2000
Konzentration:	0,0100 mol/l	Benutzer:	Supervisor
		Methode:	(Manuell eingegeben)
<u>Elektrode</u>	8104Phc	letzte Kalibrierung:	16.5.2000
Temperatur:	25 °C	Benutzer:	Supervisor
Nullpunkt:		Puffer 1:	7,010 pH
Empfindlichkeit:		Puffer 2:	4,000 pH
<u>Reagenzzugabe:</u>	(keine)	Rührzeit	10 sec
<u>Blank:</u>		Blankvolumen:	0,0000 ml
Rührgeschwindigkeit am Rührer selbst:	6		

Anhang Nr.

1

 für

ALK	ALK40	TITRATOR	ALK40TIT2.1
-----	-------	----------	-------------

Alk

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
AK	ALK43	TITRATOR	ALK43TIT2.1	-	1

Alk

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 29.10.2009

ALKALINITÄT PH 4.3

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ALK1.1	(20 µmol/l)		

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ALK1.1

Methodenverweise:

Norm	---
HFA	C2.1.1 / C2.1.3 und D76.1.4.1-3
HFA-Code	Untersuchungsmethode: 80000000 / 82000000; Elementbestimmung: 1022963

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität (Alkalinität, Säurekapazität, m-Wert) wird der Säure-Base-Status der Probe erfasst. Für die Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität gibt es verschiedene Methoden. Alle basieren jedoch auf der Titration der Probe mit einer schwachen Säure (0.01 M, 0.02 M HCl) zu einem definierten pH-Wert (4.5 oder 4.3), oder das Verfahren nach Gran, bei dem auf vier verschiedene pH-Werte titriert wird. In der Regel sind dies die pH-Werte 4.5, 4.3, 4.0, und 3.7. Die H^+ -Konzentrationen (mol) dieser pH-Werte werden gegen die verbrauchten Säureäquivalente aufgetragen und aus der Steigung und dem Achsenabschnitt die Alkalinität berechnet (s. AKALKGRANTIT1.1).

In dieser Methode wird die Titration der Probe zum Endpunkt pH 4.3 beschrieben. Der Säureverbrauch bis zu diesem pH-Wert wird in die Berechnung der Alkalinität nach Titration auf den Endpunkt 4.3 oder in die Berechnung der Alkalinität nach Gran einbezogen.

Die Säurekapazität oder Alkalinität ist bei 1/3 aller Proben (natürliche Wässer) ausschließlich durch die Kohlensäurespezies bestimmt:

$$\text{Säurekapazität} = 2\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^- + \text{OH}^- - \text{H}^+ \text{ [mmol/l]}$$

Bei den verbleibenden 2/3 der Proben sind andere puffernde Substanzen (schwache organische (Huminsäuren), anorganische Säuren und Basen) vorhanden.

Störungen:

Durch Lagerung der Probe kann die Alkalinität/Säurekapazität durch mikrobielle und chemische Umsetzungen, sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung TIT3.1	Meesenburg, H. Untersuchungen zum Säure-Base-Status eines episodisch sauren Fließgewässers im Schwarzwald. Freiburger Geographische Hefte 51, 1997 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-, u. Schlammuntersuchung, 2000, H7 Höll k.: Wasser, 7. Aufl., 1986, S. 125ff Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16.Ed., 1985, S. 269ff

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
AK	ALK43	TITRATOR	ALK43TIT2.1	-	2

Alk

Analysengeräte und Zubehör:

Titratortimer TIM 865, Fa. Radiometer

Automatischer Probenehmer SAC80 mit Probenteller mit 20 Positionen und Rührer, Fa. Radiometer

Probengefäße, Gesamtvolumen 70 ml, für Probenvolumen 20 ml, PE, Fa. Radiometer

Software TitraMaster 85, Version 5.1.0, Fa. Radiometer

Orion Ross-pH-Kombinationselektrode 8104 BN

Temperaturfühler T201, Fa. Radiometer

Chemikalien:

Pufferlösungen: pH 4.0, 7.0 Fa. Merck

Pufferlösungen: pH 4.01, 7.00 Fa. Mettler-Toledo, Einzelportionen in Beuteln, zertifiziert

Aufbewahrungslösung für pH-Elektroden Fa. Metrohm

Elektrolytlösung für Ross-pH-Kombinationselektroden Fa. Orion

Salzsäure: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumhydroxid: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumcarbonat: Na₂CO₃ (p.a.)

Lösungen:

I 0.01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H₂O demin. auf 1 l auffüllen.

II 0.05 M Na₂CO₃ 2,65 g Na₂CO₃ wasserfrei in einen 500 ml Kolben geben und mit H₂O demin. auf 500 ml auffüllen.

III 0,001 M Na₂CO₃ 2 ml von Lösung II mit H₂O demin. auf 100 ml auffüllen

Haltbarkeit der verschiedenen Lösungen:

Reagenz:	Haltbarkeit		Bemerkungen
	offen (am Gerät)	Geschlossen im Kühlschrank	
I	1 Woche	2 Monate	/
II	1 Tag	8 Wochen	/
III	1 Tag	/	/

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
AK	ALK43	TITRATOR	ALK43TIT2.1	-	3

Alk

Eichung/Standards:

Einzelbestimmung:

<u>Eichstandards</u>	
Puffer	PH 7,0
Puffer	PH 4,0

Mehrelementbestimmung:

ALK40	ALK43	ALK45
7,0	7,0	7,0
4,0	4,0	4,0

Kontrollstandards:

Puffer	PH 4,00
Puffer	PH 4,01
Puffer	PH 7,00

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung TIT 3.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	Asymmetriepotential/Nullpunkt und Steilheit /Empfindlichkeit) der Elektrode nach jeder Eichung kontrollieren. Empfindlichkeit: 90-103%, Nullpunkt 5,8-7,5
Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	s. Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Kontrollstandard	QKSt1.1	Puffer pH 4,0, 7,0; Messung der Puffer 7,0 und 4,0 nach der Eichung und alle 10 Proben, erlaubte Abweichung +/- 0,02 s.o., bei höherer Abweichung wird die Eichung wiederholt, dann die Messung der 2 Kontrollpuffer wiederholt, und bei Messwerten der Kontrollpuffer innerhalb der Grenze +/- 0,02, die Proben vor der fehlerhaften Kontrolle bis zur letzten korrekten Kontrolle wiederholt. Na ₂ CO ₃ -Kontrollstandard 0,0001 M: zweimal nach der Eichung und einmal am Ende der Messung der Proben messen, bei 20 ml Lösung und Titration mit 0,01 M HCl sollte der Säureverbrauch 4,0 ± 0,1 ml betragen, bei fehlerhafter Kontrolle muss die Eichung bzw. müssen die Messungen der Proben wiederholt werden.
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
AK	ALK43	TITRATOR	ALK43TIT2.1	-	4

Alk

Auswertung/Datendokumentation:

Daten wie in TIT3.1 beschrieben abspeichern. Datenlisten abheften.

Methodenparameter:

Methode:	Alkalinität		
Min. Bürettengeschw.:	1%	Max. Bürettengeschw.:	10,0%
Maximalvolumen:	15 ml		keine Vordosierung
Richtung:	Absteigend		Autoskalierung
Anzahl EPs:	4	Ergebniseinheit:	ml
Probemenge in:	Volumen	Ergebnis als:	Sum.
Endpunkt 1:	4,50 pH	Proportionalbande 1:	1,000 pH
Wartezeit 1:	10 Sekunden		
Endpunkt 2:	4,30 pH	Proportionalbande 2:	0,500 pH
Wartezeit 2:	5 Sekunden		
Endpunkt 3:	4,00 pH	Proportionalbande 3:	0,500 pH
Wartezeit 3:	5 Sekunden		
Endpunkt 4:	3,70 pH	Proportionalbande 4:	0,5000 pH
Wartezeit 4:	5 Sekunden		
Faktor 1:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname1:	pH 4,50	Ergebniseinheit 1:	ml
Faktor 2:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 2:	pH 4,30	Ergebniseinheit 2:	ml
Faktor 3:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 3:	pH 4,00	Ergebniseinheit 3:	ml
Faktor 4:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 4:	pH 3,70	Ergebniseinheit 4:	ml
<u>Titrant</u>	Salzsäure	Letzte Standardisierung:	16.5.2000
Konzentration:	0,0100 mol/l	Benutzer:	Supervisor
		Methode:	(Manuell eingegeben)
<u>Elektrode</u>	8104pHC	letzte Kalibrierung:	16.5.2000
Temperatur:	25 °C	Benutzer:	Supervisor
Nullpunkt:		Puffer 1:	7,010 pH
Empfindlichkeit:		Puffer 2:	4,000 pH
<u>Reagenzzugabe:</u>	(keine)	Rührzeit	10 sec
<u>Blank:</u>		Blankvolumen:	0,0000 ml
Rührgeschwindigkeit am Rührer selbst:	6		

Anhang Nr.

1

für

ALK

ALK43

TITRATOR

ALK43TIT2.1

Alk

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK45	TITRATOR	ALK45TIT2.1	-	1

Alk

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 29.10.2009

ALKALINITÄT PH 4.5

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ALK1.1	(20 µmol/l)		

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ALK1.1

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO9963-1
HFA	C2.1.1 / C2.1.3 und D76.1.4.1-3
HFA-Code	Untersuchungsmethode: 8000000 / 82000000; Elementbestimmung: 1022963

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität (Alkalinität, Säurekapazität, m-Wert) wird der Säure-Base-Status der Probe erfasst. Für die Bestimmung der Säureneutralisierungskapazität gibt es verschiedene Methoden. Alle basieren jedoch auf der Titration der Probe mit einer schwachen Säure (0.01 M, 0.02 M HCl) zu einem definierten pH-Wert (4.5 oder 4.3), oder das Verfahren nach Gran, bei dem auf vier verschiedene pH-Werte titriert wird. In der Regel sind dies die pH-Werte 4.5, 4.3, 4.0, und 3.7. Die H⁺-Konzentrationen (mol) dieser pH-Werte werden gegen die verbrauchten Säureäquivalente aufgetragen und aus der Steigung und dem Achsenabschnitt die Alkalinität berechnet (s. AKALKGRANTIT1.1).

In dieser Methode wird die Titration der Probe zum Endpunkt pH 4.5 beschrieben. Der Säureverbrauch bis zu diesem pH-Wert wird in die Berechnung der Alkalinität nach Titration auf den Endpunkt 4.5 oder in die Berechnung der Alkalinität nach Gran einbezogen.

Die Säurekapazität oder Alkalinität ist bei 1/3 aller Proben (natürliche Wässer) ausschließlich durch die Kohlensäurespezies bestimmt:

$$\text{Säurekapazität} = 2\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^- + \text{OH}^- - \text{H}^+ \text{ [mmol/l]}$$

Bei den verbleibenden 2/3 der Proben sind andere puffernde Substanzen (schwache organische (Huminsäuren), anorganische Säuren und Basen) vorhanden.

Störungen:

Durch Lagerung der Probe kann die Alkalinität/Säurekapazität durch mikrobielle und chemische Umsetzungen, sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung TIT3.1	Meesenburg, H. Untersuchungen zum Säure-Base-Status eines episodisch sauren Fließgewässers im Schwarzwald. Freiburger Geographische Hefte 51, 1997 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser-, u. Schlammuntersuchung, 2000, H7 Höll K.: Wasser, 7. Aufl., 1986, S. 125ff Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16.Ed., 1985, S. 269ff

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK45	TITRATOR	ALK45TIT2.1	-	2

Alk

Analysengeräte und Zubehör:

Titratortimer TIM 865, Fa. Radiometer

Automatischer Probenehmer SAC90 mit Probenteller mit 42 Positionen und Rührer, Fa. Radiometer

Probengefäße, Gesamtvolumen 70 ml, für Probenvolumen 20 ml, PE, Fa. Radiometer

Software TitraMaster 85, Version 5.1.0, Fa. Radiometer

Orion Ross-pH-Kombinationselektrode 8104 BN

Temperaturfühler T201, Fa. Radiometer

Chemikalien:

Pufferlösungen: pH 4.0, 7.0 Fa. Merck

Pufferlösungen: pH 4.01, 7.00 Fa. Mettler-Toledo, Einzelportionen in Beuteln, zertifiziert

Aufbewahrungslösung für pH-Elektroden Fa. Metrohm

Elektrolytlösung für Ross-pH-Kombinationselektroden Fa. Orion

Salzsäure: 0.01 M, Titrisolampulle, Fa. Merck

Natriumcarbonat: Na₂CO₃ (p.a.)

Lösungen:

I 0.01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H₂O demin. auf 1 l auffüllen.

II 0.05 M Na₂CO₃ 2,65 g Na₂CO₃ wasserfrei in einen 500 ml Kolben geben und mit H₂O demin. auf 500 ml auffüllen.

III 0,001 M Na₂CO₃ 2 ml von Lösung II mit H₂O demin. auf 100 ml auffüllen

Haltbarkeit der verschiedenen Lösungen:

Reagenz:	Haltbarkeit		Bemerkungen
	offen (am Gerät)	Geschlossen im Kühlschrank	
I	1 Woche	2 Monate	/
II	1 Tag	2 Monate	/
III	1 Tag	/	/

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK45	TITRATOR	ALK45TIT2.1	-	3

Alk

Eichung/Standards:

Einzelbestimmung:

<u>Eichstandards</u>	
Puffer	PH 7,0
Puffer	PH 4,0

Mehrelementbestimmung:

ALK40	ALK43	ALK45
7,0	7,0	7,0
4,0	4,0	4,0

Kontrollstandards:

Puffer	PH 4,00
Puffer	PH 4,01
Puffer	PH 7,00

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung TIT 3.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	Asymmetriepotential/Nullpunkt und Steilheit /Empfindlichkeit) der Elektrode nach jeder Eichung kontrollieren. Empfindlichkeit: 90-103%, Nullpunkt 5,8-7,5
Ionenbilanz/Leitfähigkeitsbilanz	QIB2.1	s. Methodenbeschreibung
Ionenbilanz EU	QIBEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Leitfähigkeitsbilanz EU	QLFEU1.1	s. Methodenbeschreibung
Kontrollstandard	QKSt1.1	Puffer pH 4,0, 7,0; Messung der Puffer 7,0 und 4,0 nach der Eichung und alle 10 Proben, erlaubte Abweichung +/- 0,02 s.o., bei höherer Abweichung wird die Eichung, und die Messung der 2 Kontrollpuffer wiederholt. Na ₂ CO ₃ -Kontrollstandard 0,001 M: zweimal nach der Eichung und einmal am Ende der Messung der Proben messen, bei 20 ml Lösung und Titration mit 0,01 M HCl sollte der Säureverbrauch 4,0 ± 0,1 ml betragen, bei fehlerhafter Kontrolle muss die Eichung bzw. müssen die Messungen der Proben wiederholt werden.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK45	TITRATOR	ALK45TIT2.1	-	4

Alk

Auswertung/Datendokumentation:

Daten wie in TIT3.1 beschrieben abspeichern und mit dem Datenaufbereitungs- und Datenkontrollprogramm RelaqS bearbeiten. Datenlisten abheften.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK45	TITRATOR	ALK45TIT2.1	-	5

Alk

Methodenparameter Titrator TIM 900

Methodenparameter:

Methode:	Alkalinität		
Min. Bürettengeschw.:	1%	Max. Bürettengeschw.:	10,0%
Maximalvolumen:	15 ml	keine Vordosierung	
Richtung:	Absteigend	Autoskalierung	
Anzahl EPs:	4	Ergebniseinheit:	ml
Probemenge in:	Volumen	Ergebnis als:	Sum.
Endpunkt 1:	4,50 pH	Proportionalbande 1:	1,000 pH
Wartezeit 1:	10 Sekunden		
Endpunkt 2:	4,30 pH	Proportionalbande 2:	0,500 pH
Wartezeit 2:	5 Sekunden		
Endpunkt 3:	4,00 pH	Proportionalbande 3:	0,500 pH
Wartezeit 3:	5 Sekunden		
Endpunkt 4:	3,70 pH	Proportionalbande 4:	0,5000 pH
Wartezeit 4:	5 Sekunden		
Faktor 1:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname1:	pH 4,50	Ergebniseinheit 1:	ml
Faktor 2:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 2:	pH 4,30	Ergebniseinheit 2:	ml
Faktor 3:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 3:	pH 4,00	Ergebniseinheit 3:	ml
Faktor 4:	1,0000	Molekulargewicht:	100,000
Ergebnisname 4:	pH 3,70	Ergebniseinheit 4:	ml
<u>Titrant</u>	Salzsäure	Letzte Standardisierung:	16.5.2009
Konzentration:	0,0100 mol/l	Benutzer:	Supervisor
		Methode:	(Manuell eingegeben)
<u>Elektrode</u>	8104 BN	letzte Kalibrierung:	16.5.2009
Temperatur:	25 °C	Benutzer:	Supervisor
Nullpunkt:		Puffer 1:	7,010 pH
Empfindlichkeit:		Puffer 2:	4,000 pH
<u>Reagenzzugabe:</u>	(keine)	Rührzeit	10 sec
<u>Blank:</u>		Blankvolumen:	0,0000 ml
Rührgeschwindigkeit am Rührer selbst:	6		

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Alk	ALK45	TITRATOR	ALK45TIT2.1	-	6

Alk

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ba	Bages	ICP(sim)	BaBagesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

Ba

B A R I U M

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0002	0,0006	6

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D4.1.6.2
HFA-Code	0412001

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasmabetrachtung erfolgt radial.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ba	Bages	ICP(sim)	BaBagesICP19.1	2

Ba

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ba: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Ba

As, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Ba-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1 ml des 1 g/l Ba enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ba	Bages	ICP(sim)	BaBagesICP19.1	3

Ba

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Ba auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Ba
KW 1	0,0 mg/l Ba
KW 2	4,0 mg/l Ba
KW 3	0,0 mg/l Ba
KW 2	0,0 mg/l Ba
KW 3	0,0 mg/l Ba
KW 2	0,0 mg/l Ba
KW 2	0,0 mg/l Ba
KW 3	0,0 mg/l Ba

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	0,0 mg/l Ba

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Ba
Wellenlänge:	455.403
Plasma- beobachtung:	radial
Messbereich	BG – OMG
[mg/l]:	
<u>Standards:</u>	Blank KW 2
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 16 Pixelanzahl: 2

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ba	Bages	ICP(sim)	BaBagesICP19.1	4

Ba

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %.
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ba-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
C	CO3	C-RC412	CCO3C1.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.12.2006

C A R B O N A T

C

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ATNULL (Boden)	0,01 mg abs.	0,03 mg abs.	
ATNULL (Humus)	0,1 mg abs.	0,3 mg abs.	

geeignet für:

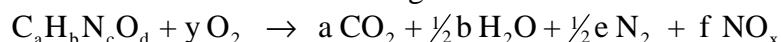
Boden	ATNULL
Humus	ATNULL
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	DIN ISO
HFA	D31.3.1.3 / D31.3.2.3
HFA-Code	0811100

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Zur Bestimmung des carbonatisch gebundenen Kohlenstoffs wird die Probe in Quarzglasschiffchen eingewogen und im Sauerstoffstrom verbrannt. Dabei wird zunächst bei 650 °C der organische Kohlenstoffanteil zu Kohlendioxid umgesetzt:



Der verbleibende carbonatische Kohlenstoffanteil wird durch Erhöhung der Temperatur auf 1000 °C zersetzt:



Während der Verbrennung wird mittels eines Quarzglasrohres Sauerstoff auf die Probe geblasen, wodurch eine vollständige Oxidation aller C-Verbindungen gewährleistet ist. Das bei der Oxidation der C-haltigen Verbindungen entstehende Kohlendioxid wird je nach Konzentration in zwei unterschiedlich langen hintereinander geschalteten nichtdispersiven für Kohlendioxid spezifischen Infrarotmeßzellen detektiert.

Da organische Substanz neben C auch H, O, N, S und Halogene enthält, entstehen neben Kohlendioxid auch Stickoxide, Wasser, flüchtige Halogen- und Schwefelverbindungen. Hinter dem Quarzglas-Verbrennungsrohr befinden sich mit $MgClO_4$ gefüllte Glasrohre, die das Wasser aus dem Gasstrom entfernen. Als Trägergas dient der Sauerstoff. Da Kohlendioxid Infrarotlicht spezifisch absorbiert werden andere sich im Gasstrom befindende Gase nicht mitgemessen.

Störungen:

Wegen des hohen C-Gehalts der Humusproben kommt es vermutlich zur Bildung teerartiger Substanzen, die erst bei höheren Temperaturen verbrennen. Dadurch läuft der Peak für org. C teilweise in den Peak für Carbonat-C hinein. Daher muss hier eine spezielle Peakauswertung per externer Software erfolgen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang1: Gasflussdiagramm Gerätekurzanleitung C1.1	Betriebsanleitung RC-412 Leco

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
C	CO ₃	C-RC412	CCO3C1.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

C-Elementaranalysator RC-412, Fa. Leco
 Quarzglasschiffchen von Leco
 Analysenwaage Sartorius Typ 1712
 Tiegelzange

Chemikalien:

Magnesiumperchlorat MgClO₄ (Anhydron) granuliert (p.a.), 10-16 mesh, Leco Nr. 501-171
 Natriumhydroxid NaOH (Lecosorb) granuliert auf Silikatträger (20-30 mesh), Leco Nr. 502-174
 Quarzwolle

Lösungen:

keine

Eichung/Standards:

Eichsubstanz:

CaCO₃ C-Gehalt: 12 %

Eichung:

Nach längerem Stillstand, bei der Erstinbetriebnahme des Gerätes, oder bei Veränderungen am Gerät, muss die Eichung des Gerätes überprüft werden.

Eichung der Low-IR-Messzelle:

Hierzu werden zwischen 100 und 150 mg CaCO₃ eingewogen und gemessen. Weichen die Messwerte mehr als 10 % vom Sollwert (= 12 %) ab, so werden zwei weitere Messungen von CaCO₃ (100 – 150 mg) durchgeführt. Werden auch bei diesen Messungen Abweichungen von mehr als 10 % gefunden, so muss neu geeicht werden.

Hierzu werden drei Messungen von CaCO₃ mit 100-150 mg Einwaage durchgeführt.

Eichung der High-IR-Messzelle:

Hierzu werden zwischen und mg CaCO₃ eingewogen und gemessen. Weichen die Messwerte mehr als 10 % vom Sollwert (= 12 %) ab, so werden zwei weitere Messungen von CaCO₃ (– mg) durchgeführt. Werden auch bei diesen Messungen Abweichungen von mehr als 10 % gefunden, so muss neu geeicht werden.

Hierzu werden drei Messungen von CaCO₃ mit - mg Einwaage durchgeführt.

Alle diese Kalibrationen müssen mit der Methode (Channel x) durchgeführt werden mit der die Proben später gemessen werden sollen.

Soll in Humusproben Carbonat gemessen werden, so muss eine weitere Eichung mit carbonathaltigen Humusstandards durchgeführt werden.

Hierzu werden drei NFVH-Standards die wie folgt mit CaCO₃ gemischt wurden gemessen:

20 mg NFVH + 2 mg CaCO₃

20 mg NFVH + 5 mg CaCO₃

20 mg NFVH + 10 mg CaCO₃

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
C	CO ₃	C-RC412	CCO3C1.1	3

Da sich in diesem Fall der Carbonatpeak relativ schlecht vom Corg-Peak trennen lässt, müssen diese Chromatogramme mit Hilfe einer Chromatographiesoftware ausgewertet werden s. Gerätekurzanleitung C1.1. Die ermittelten Carbonat-C-Werte, werden als Kalibration für die Messung von carbonathaltigen Humusproben verwendet.

C

Durchführung:

s. Gerätekurzanleitung C1.1

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

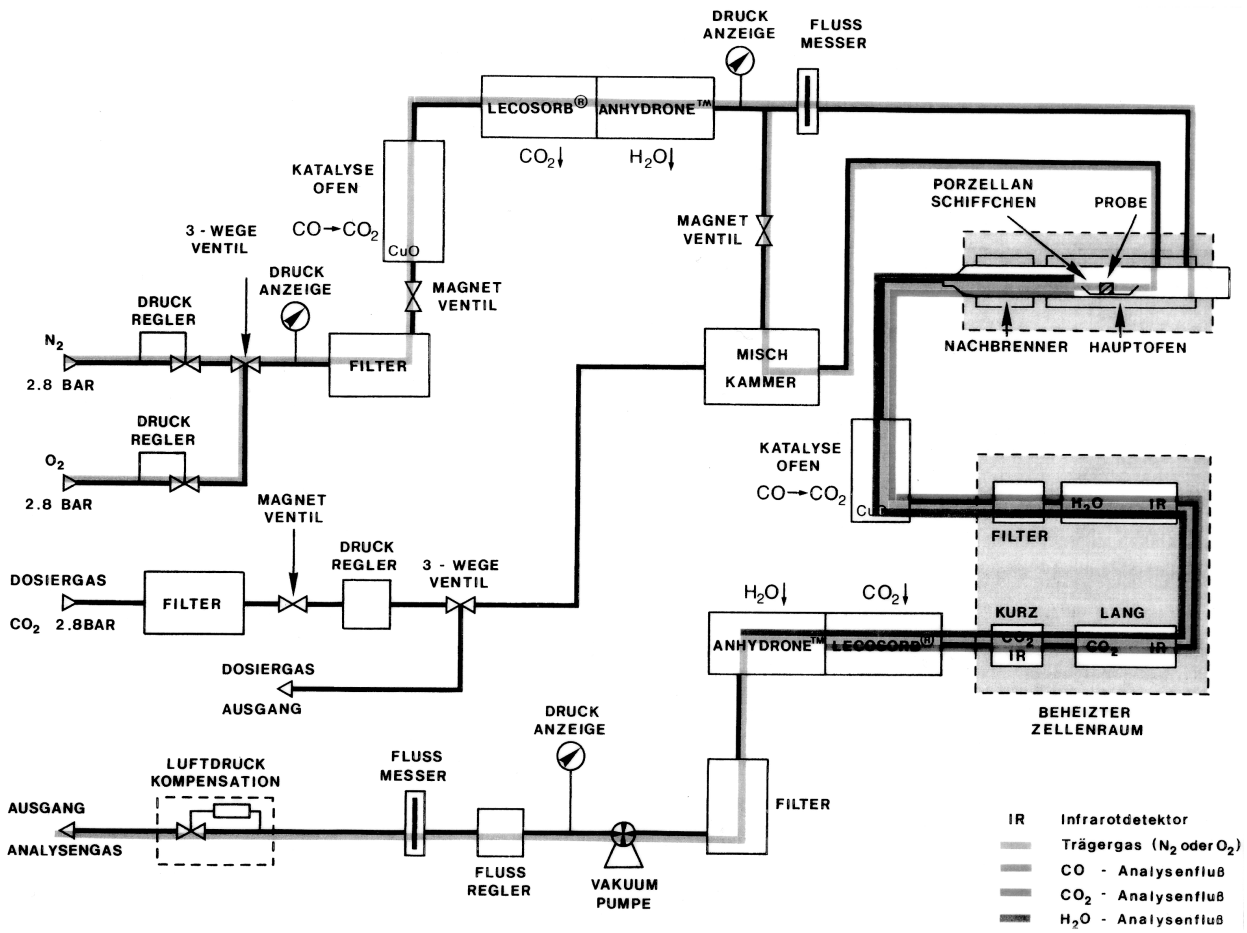
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	CaCO ₃ 12,0 % Corg, erlaubte Abweichung 3 %
Standard-Material	QStM.1.2	NFVH (Humus) 43,48 % Corg, + 2, 5 oder 10 mg CaCO ₃ erlaubte Abweichung 5 % vom rechnerischen Wert BCO ₃ (Boden) 0,89 % C, erlaubte Abweichung 10 %
Kohlenstoff-Bilanz Festproben	QCB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Wiederholungsproben	QWP1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen C-Gehalte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen.

Flußdiagramm RC-412:

C



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
C	Cges	CN	CCgesCNS5.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 25.10.2010

K O H L E N S T O F F g e s a m t

C

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ATNULL (Pflanze, Humus)	0,004 mg abs.	0,014 mg abs.	2 mg abs.
ATNULL (Boden)	0,004 mg abs.	0,014 mg abs.	6 mg abs.

geeignet für:

Boden	ATNULL
Humus	ATNULL
Pflanze	ATNULL
Wasser	

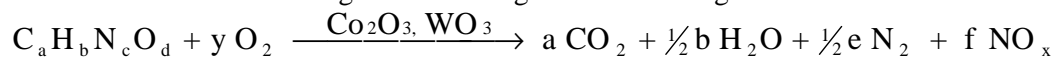
Methodenverweise:

Norm	---
HFA	D31.1.1.1, D31.1.2.1, D31.1.3.1
HFA-Code	0812490

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Der Aufschluss der Probe (Boden-, Humus- oder Pflanzenmaterial) erfolgt durch Verbrennung im Sauerstoff/Heliumstrom bei einer Temperatur von 1020 °C, wobei die Proben dem Oxidationsrohr in Zinnkartuschen zugeführt werden. Bei der Verbrennung des Zinns entstehen in unmittelbarer Nähe der Probe kurzfristig Temperaturen von 1600-1800 °C, wodurch auch schwer verbrennbare Substanzen wie schwer zersetzbare Carbonate (z.B. Dolomite) erfasst werden. Außerdem enthält das Oxidationsrohr Kobaltoxid und Wolframoxid, die als Katalysatoren dienen.

Bei der Oxidation der C- und N-haltigen Verbindungen entstehen folgende Stoffe:



Da organische Substanz neben C, H, O und N auch S sowie Halogene enthält, entstehen, neben den oben aufgeführten Verbindungen, flüchtige Halogen- und Schwefelverbindungen. Diese müssen vor dem Eintritt des Messgases in die Wärmeleitfähigkeitsmesszelle (WLD) aus dem Gasstrom entfernt werden, da sie sonst miterfasst würden. Sie werden an Silberionen, mit denen das als Katalysator dienende Kobaltoxid beschichtet ist, gebunden. Hinter dem Verbrennungsrohr befindet sich das mit Kupfer gefüllte Reduktionsrohr, in dem die Stickoxide zu elementarem Stickstoff reduziert werden, und überschüssiger Sauerstoff aus dem Gasstrom entfernt wird:



Das aus CO₂, N₂, H₂O und Helium bestehende Gasmisch wird anschließend durch ein mit Mg(ClO₄)₂ gefülltes Glasrohr geleitet, um das Wasser aus dem Gasstrom zu entfernen. Helium wird als Trägergas verwendet, da es keine Reaktionen eingeht. Anschließend werden Kohlendioxid und Stickstoff gaschromatographisch getrennt. Zunächst durchströmt das aus Stickstoff und Helium, dann das aus Kohlendioxid und Helium bestehende Gasmisch die Messzelle des Wärmeleitfähigkeitsdetektors. Die Spannung der Messzelle wird mit der Spannung der Referenzmesszelle, die nur von Helium durchströmt wird, verglichen.

Gemessen wird die Peakfläche, da unterschiedliche organische Verbindungen ein unterschiedliches Verbrennungsverhalten haben und dadurch zwar die Fläche der Peaks, nicht jedoch die Höhe der Peaks gleich ist.

Störungen: keine

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang1: Gasflussdiagramm Gerätekurzanleitung CN1.1	Bedienungsanl. Elementaranalysator Euro EA Smith, Soil Analysis 1983

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
C	Cges	CN	CCgesCNS5.2	2

C

Analysengeräte und Zubehör:

CN- Elementaranalysator Euro EA, mit automatischem Probengeber, Fa. Hekatech
Mikrowaage von Sartorius, ME5 0,001 mg
Zinnkartuschen, 5 x 9 mm
Verschlusswerkzeug für die Zinnkartuschen, Fa. Hekatech
Mikrotiterplatten
Pinzette, gerade und gebogen
Mikrospatel
Ionisationsgebläse Sartorius YIB01-0DR
Ascheeinsatz 17 mm, aus Keramik, Fa Hekatech
Reduktionsrohr (Quarzrohr mit Verjüngung auf 6 mm), Außendurchmesser 18 mm, Länge 450 mm

Chemikalien:

Ethylendinitrilotetraessigsäure EDTA Titriplex II (p.a.) Merck Nr. 1.08417
Magnesiumperchlorat granuliert (p.a.), Merck Nr. 5874
Quarzwolle
Quarzsplitter
Cu-Stäbchen (reduziert hohe Sauerstoffaufnahme) Nr. HE33835301, Fa.Hekatech
CHN-Oxidationsreaktor für Aschefänger, fertig befüllt mit (von unten): Quarzwolle, 10 g Co₂O₃,
Quarzwolle 1,2 g ,WO₃ auf 12 g Al₂O₃, Quarzwolle, Nr. HE46830510, Fa. Hekatech

Lösungen:

Keine

Eichung/Standards:

Eichsubstanz:

EDTA (Ethylendinitrilotetraessigsäure) C-Gehalt: 41,1 %

Eichung:

Vor Beginn der Messung werden Proben und Blindwerte zur Überprüfung der Eichung gemessen:

1. Eine Probe als sogn. Rohrputzer oder Einlaufprobe zur Konditionierung des Gerätes (By = Bypass).
2. Eine leere Zinnkartusche zur Überprüfung der Sauberkeit des Probengeberbereichs (Smp = Sample).
3. Zwei EDTA-Standards (ca. 1 mg und 3 mg) als (Smp = Sample).
4. Eine oder mehrere Kontrollproben, angepasst an die zu messenden Proben. (z.B. Spruce Needles bei Humus- und Pflanzenproben, Boden1 bei Boden.)

Die Messwerte der EDTA- und Kontrollstandards sollten nicht mehr als 1 % vom Sollwert abweichen. Die Fläche der Blindwertpeaks sollte < 12000 Flächeneinheiten sein.

Liegen die gemessenen Werte außerhalb der erlaubten Bereiche, so werden zunächst verschiedene Prüfungen am Gerät durchgeführt (s. Gerätekurzanleitung CN1.1). Führen diese nicht zu Messwerten von Standards und Blanks innerhalb der erlaubten Bereiche, so muss neu geeicht

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
C	Cges	CN	CCgesCNS5.2	3

werden. Eine neue Eichung sollte außerdem nach dem Austausch des Oxidations- und/oder Reduktionreaktors erfolgen:

3 Konditionierungsproben (Zinnkartuschen mit Probe gefüllt), Byp = Bypass

3 leere Zinnkartuschen, Blk = Blank

2 EDTA (ca. 1 und 3 mg), Std = Standard

2 EDTA (ca. 1 und 3 mg), Spc = Special

1-2 Kontrollstandards, Smp = Sample

Aus den Blanks und zwei EDTA-Standards wird die Eichung berechnet, die für die nachfolgenden Messungen verwendet werden kann.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung CN1.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

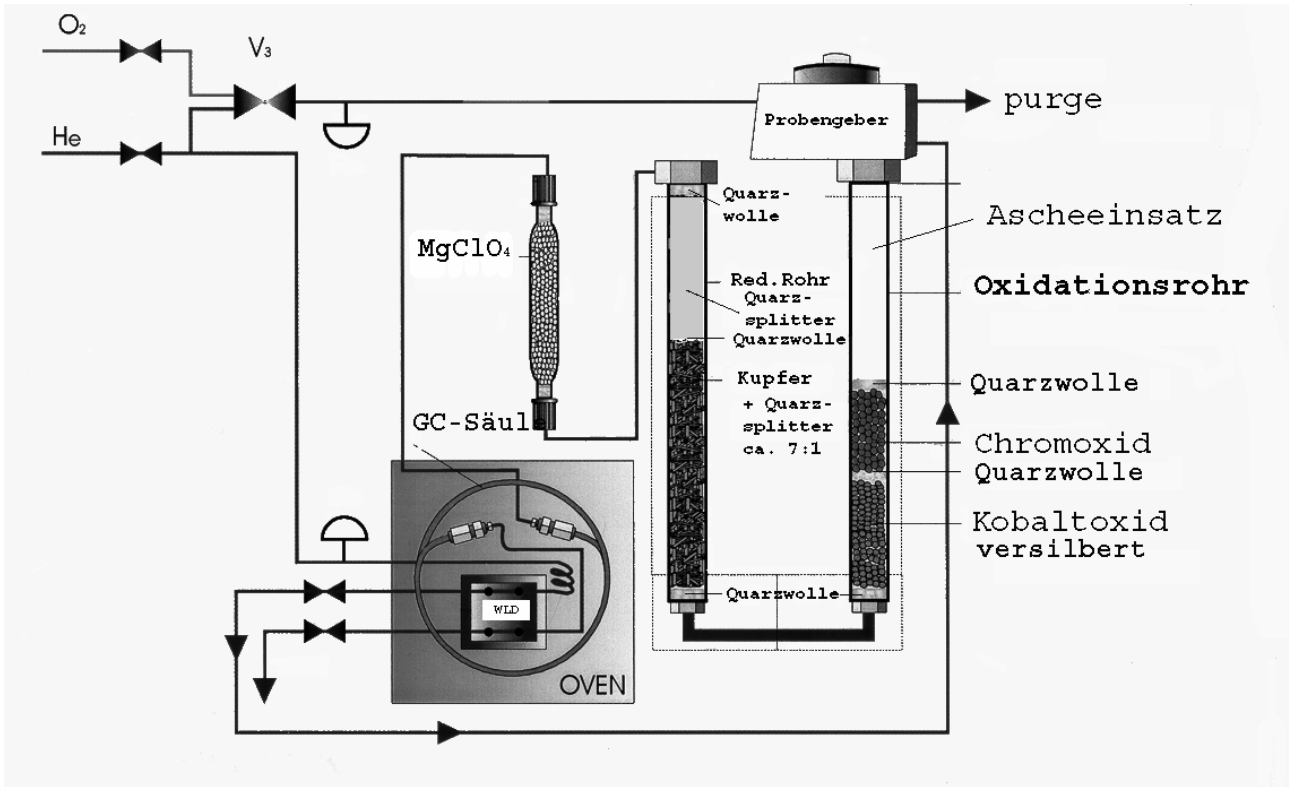
Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	EDTA 41,10 % C, erlaubte Abweichung 3 % Spruce Needles (Pflanze) 50,36 % C, erlaubte Abweichung 5 % Boden1 (Boden) 3,5 % C, erlaubte Abweichung 5 %
Standard-Material	QStM.1.2	NFVH (Humus) 43,48 % C, erlaubte Abweichung 5 % BZE-HUM (Humus) 47,951 % C, erlaubte Abweichung 8 % Beech leaves (Pflanze) 47,8 % C, erlaubte Abweichung 5 % NHARZ (Pflanze) 49,9 % C, erlaubte Abweichung 5 % Boden 4 (Boden) 2,42 % C, erlaubte Abweichung 5 % BZE-THUE (Boden) 0,797 % C, erlaubte Abweichung 5 % BioSoil (Boden) 1,3 %, erlaubte Abweichung 10 % Messung eines Standards alle 10 Proben, je nach Probenart im Wechsel
Kohlenstoffbilanz Festproben	QCB1.2	Siehe Methodenbeschreibung
Wiederholungsproben	QWP1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen C-Gehalte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm Relaq3_V3 bearbeitet.

Flussdiagramm Euro EA, Hekatech:



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ca	Cages	ICP(sim)	CaCagesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

C A L C I U M

Ca

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0003	0,0011	300

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D11.1.6.2, D11.1.6.3
HFA-Code	0412005 (396.847 nm), 0412000 (315.887 nm), 0412003 (318.128 nm)

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasmabetrachtung erfolgt radial.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ca	Cages	ICP(sim)	CaCagesICP19.1	2

Ca

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ca: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Ca

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Ca-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben.

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ca	Cages	ICP(sim)	CaCagesICP19.1	3

Ca

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,25 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,025 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2,5 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 5 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ca	Cages	ICP(sim)	CaCagesICP19.1	4

HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Ca

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,0625 ml des 10 g/l Ca enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Ca auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Ca
KW 1	20,0 mg/l Ca
KW 2	50,0 mg/l Ca
KW 3	1,0 mg/l Ca
KW 4	100,0 mg/l Ca
KW 5	5,0 mg/l Ca
KW 6	10,0 mg/l Ca
KW 7	200,0 mg/l Ca
KW 8	2,5 mg/l Ca

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l Ca

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ca	Cages	ICP(sim)	CaCagesICP19.1	5

Methoden-Nr.	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Ca	Ca	Ca	Ca
Wellenlänge:	396.847	315.887	315.887	318.128
Plasma- beobachtung:	radial	radial	radial	radial
Messbereich [mg/l]:	BG – 1	1 – 20	20 – 100	100 - OMG
Standards:	Blank KW 3	Blank KW 1 KW 3 KW 5 KW 6 KW 8	KW 1 KW 2 KW 4 KW 5 KW 6	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 5 KW 6 KW 7
Bemerkungen:	Fensterweite: 18 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 15 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl: 12	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl: 2	Fensterweite: 14 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 14 Pixelanzahl: 1

Ca

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.

Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.

Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ca	Cages	ICP(sim)	CaCagesICP19.1	6

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Ca

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ca-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cd	Cdges	ICP(sim)	CdCdgesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

C A D M I U M

Cd

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,12	0,39	200

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D9.1.6.4
HFA-Code	0422022

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Das Element Arsen stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben.

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cd	Cdges	ICP(sim)	CdCdgesICP19.1	2

Cd

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Cd: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Cd

As, Ba, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Cd-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 12,5 µl des 1 g/l Cd enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cd	Cdges	ICP(sim)	CdCdgesICP19.1	3

Cd

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 25 µl des 1 g/l Cd enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 37,5 µl des 1 g/l Cd enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Cd auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Cd
KW 1	50,0 µg/l Cd
KW 2	100,0 µg/l Cd
KW 3	150,0 µg/l Cd
KW 2	0,0 µg/l Cd
KW 3	0,0 µg/l Cd
KW 2	0,0 µg/l Cd
KW 2	0,0 µg/l Cd
KW 3	0,0 µg/l Cd

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	100,0 µg/l Cd

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cd	Cdges	ICP(sim)	CdCdgesICP19.1	4

Cd

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Cd 228.802 axial BG – OMG Blank KW 1 KW 2 KW 3
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 14 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 4 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 13 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cd	Cdges	ICP(sim)	CdCdgesICP19.1	5

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Cd-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

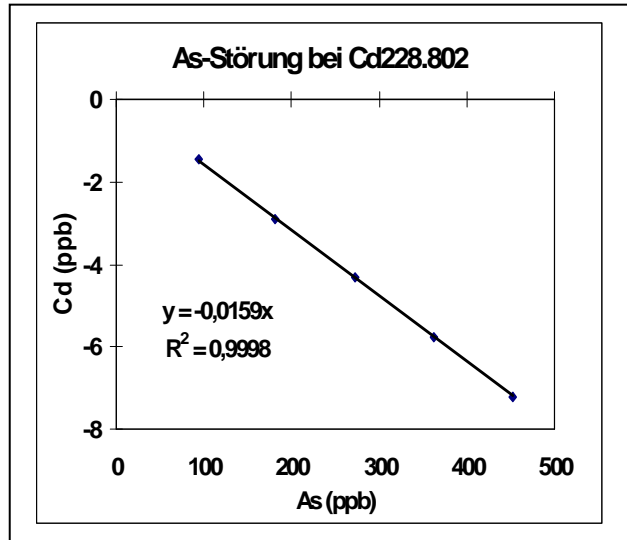
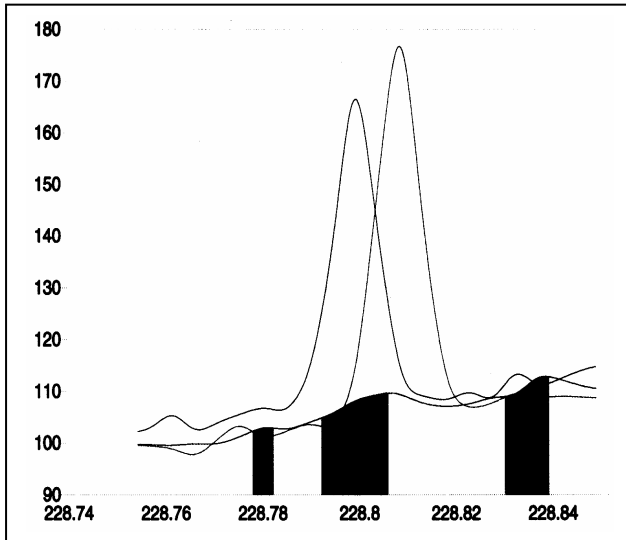
Cd

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Cd

As (200 ppm) Störung bei Cd228.802 (5 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,0159)



Die Interelementkorrekturfaktoren müssen in regelmässigen Abständen angepasst werden.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Cl	Cl	IC	CICIC2.2	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.8.2009

CHLORID

Cl

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,003	0,011	16,5

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D13.2.4.1
HFA-Code	0714102

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Suppressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen, und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991
Sammelanhang S17.2: Grundeichung + Geräteparameter	Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987
Gerätekurzanleitung IC2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Cl	Cl	IC	ClIC2.2	-	2

Cl

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

Lösungen:

Eluent Anionen: In einem 2 l-Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃, sowie 0,084 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l Cl: 1 g/l Chlorid als Natriumchlorid => 1 g/l Cl

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄⁻-Stammlösung und je 0,5 ml Cl- und F-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin auf 100 ml aufgefüllt.

⇒ 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
Cl	Cl	IC	ClIC2.2	-	3

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

Cl

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	2,0 mg/l Cl
K2IC:	0,1 mg/l Cl

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.2) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I, und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

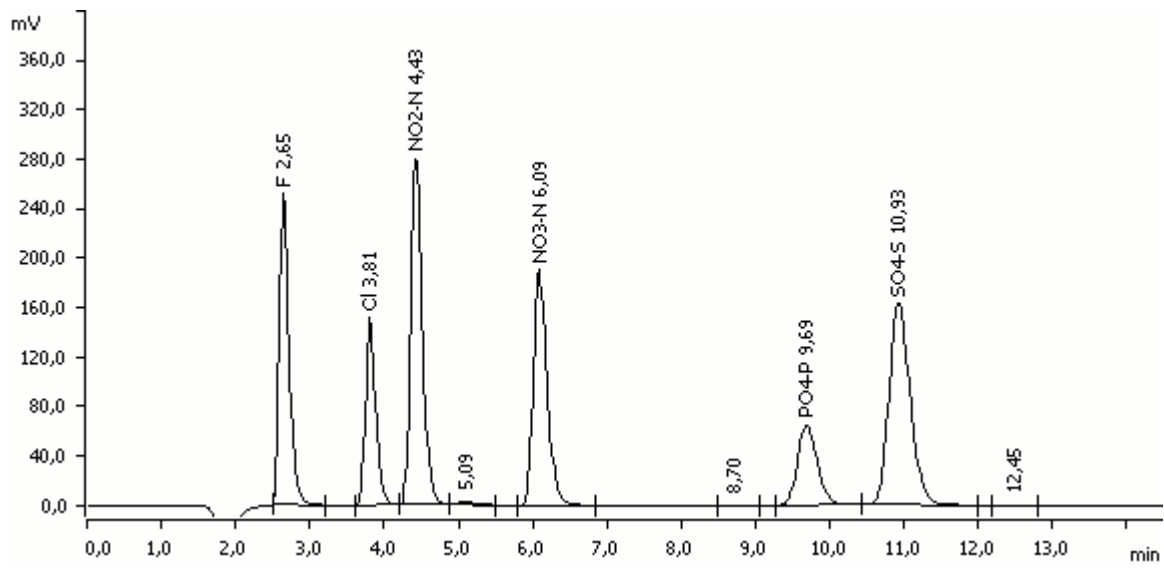
Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (2,0 mg/l Cl), K2IC (0,1 mg/l Cl), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC) bzw. 10 % (K2IC)
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Chlorid-Konzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogramm des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Co	Coges	ICP(sim)	CoCogesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

C O B A L T

Co

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,29	0,94	300

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D15.1.6.6
HFA-Code	0422010

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den Element-spezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digital-Kamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standard-Lösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Das Element Titan stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelement-Korrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Co	Coges	ICP(sim)	CoCogesICP19.1	2

Co

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Co: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Co

As, Ba, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Co-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 25 µl des 1 g/l Co enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Co	Coges	ICP(sim)	CoCogesICP19.1	3

Co

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 50 µl des 1 g/l Co enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 125 µl des 1 g/l Co enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Co auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Co
KW 1	100,0 µg/l Co
KW 2	200,0 µg/l Co
KW 3	300,0 µg/l Co
KW 4	0,0 µg/l Co
KW 5	0,0 µg/l Co
KW 6	0,0 µg/l Co
KW 7	0,0 µg/l Co
KW 8	0,0 µg/l Co

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	100,0 µg/l Co

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Co	Coges	ICP(sim)	CoCogesICP19.1	4

Co

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Co 228.616 axial BG – OMG Blank KW 1 KW 2 KW 3
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 1 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 20 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Co	Coges	ICP(sim)	CoCogesICP19.1	5

Auswertung/Datendokumentation:

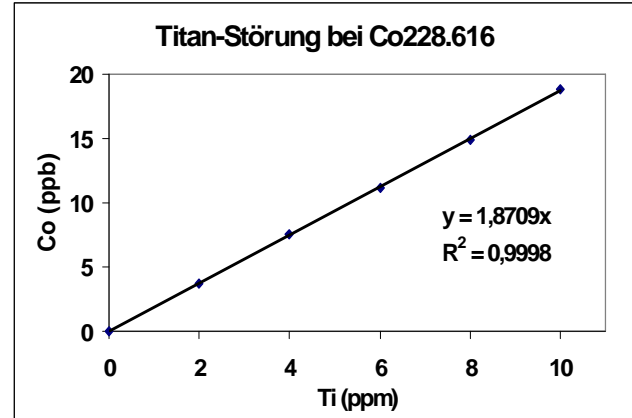
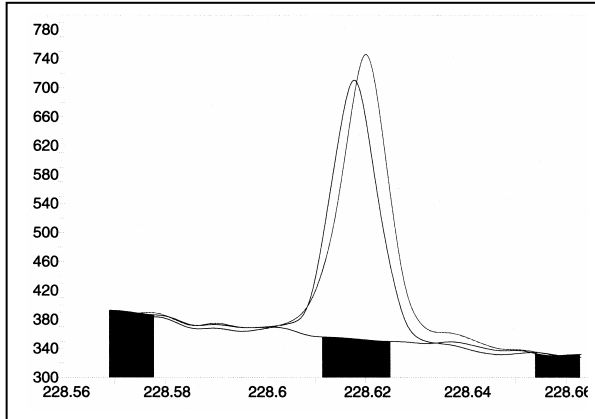
Die gemessenen Co-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Co

Linienstörungen und ihre Korrektur:**Co**

Ti (10 ppm) Störung bei Co228.616 (20 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = 1,8709)



Der Interelementkorrekturfaktor muss in regelmäßigen Abständen angepasst werden.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cr	Crges	ICP(sim)	CrCrgesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

C H R O M

Cr

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,18	0,61	1500

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D14.1.6.5
HFA-Code	0422000

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt und die Intensität des Lichtes bei den Element-spezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digital-Kamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standard-Lösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cr	Crges	ICP(sim)	CrCrgesICP19.1	2

Cr

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Cr: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Cr

As, Ba, Cd, Co, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Cr-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 25 µl des 1 g/l Cr enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cr	Crges	ICP(sim)	CrCrgesICP19.1	3

Cr

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 50 µl des 1 g/l Cr enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 75 µl des 1 g/l Cr enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 125 µl des 1 g/l Cr enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 375 µl des 1 g/l Cr enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Cr auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cr	Crges	ICP(sim)	CrCrgesICP19.1	4

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Cr
KW 1	100,0 µg/l Cr
KW 2	200,0 µg/l Cr
KW 3	300,0 µg/l Cr
KW 4	500,0 µg/l Cr
KW 5	0,0 µg/l Cr
KW 6	0,0 µg/l Cr
KW 7	0,0 µg/l Cr
KW 8	1500,0 µg/l Cr

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	100,0 µg/l Cr

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Cr
Wellenlänge:	205.560
Plasma- beobachtung:	axial
Messbereich	BG – OMG
[µg/l]:	
<u>Standards:</u>	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 8
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 17 Pixelanzahl: 1

Cr

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cr	Crges	ICP(sim)	CrCrgesICP19.1	5

Cr

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Cr-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cr	Crges	ICP(sim)	CrCrgesICP19.1	6

Cr

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cu	Cuges	ICP(sim)	CuCugesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

K U P F E R

Cu

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,26	0,86	1000

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D32.1.6.6
HFA-Code	0422000

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse wird durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cu	Cuges	ICP(sim)	CuCugesICP19.1	2

Cu

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben, aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Cu: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Cu

As, Ba, Cd, Co, Cr, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Cu-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 25 µl des 1 g/l Cu enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cu	Cuges	ICP(sim)	CuCugesICP19.1	3

Cu

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 50 µl des 1 g/l Cu enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 75 µl des 1 g/l Cu enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 250 µl des 1 g/l Cu enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Cu auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Cu
KW 1	100,0 µg/l Cu
KW 2	200,0 µg/l Cu
KW 3	300,0 µg/l Cu
KW 4	0,0 µg/l Cu
KW 5	0,0 µg/l Cu
KW 6	0,0 µg/l Cu
KW 7	1000,0 µg/l Cu
KW 8	0,0 µg/l Cu

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	100,0 µg/l Cu

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cu	Cuges	ICP(sim)	CuCugesICP19.1	4

Cu

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Cr 324.754 axial BG – OMG Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 7
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 16 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 2 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 14 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cu	Cuges	ICP(sim)	CuCugesICP19.1	5

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Cu-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Cu

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Cu	Cuges	ICP(sim)	CuCugesICP19.1	6

Cu

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
F	F	IC	FFIC2.2	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.8.2009

FLUORID

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,004	0,013	11,0

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

F

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D20.2.4.1
HFA-Code	0714102

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austausch-Prozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/ Hydrogencarbonat-Lösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Suppressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991
Sammelanhang S17.2: Grundeichung + Geräteparameter	Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987
Gerätekurzanleitung IC2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
F	F	IC	FFIC2.2	-	2

F

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

Lösungen:

Eluent Anionen: In einem 2 l Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃ sowie 0,084 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l F: 1 g/l Fluorid als Natriumfluorid => 1 g/l F

Stammlösung I: je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄⁻-Stammlösung und je 0,5 ml Cl⁻ und F⁻-Stammlösung werden in einen 100 ml-Meßkolben mit H₂O demin auf 100 ml aufgefüllt
=> 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
F	F	IC	FFIC2.2	-	3

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	2,0 mg/l F
K2IC:	0,1 mg/l F

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.2) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC) bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursachen für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

F

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

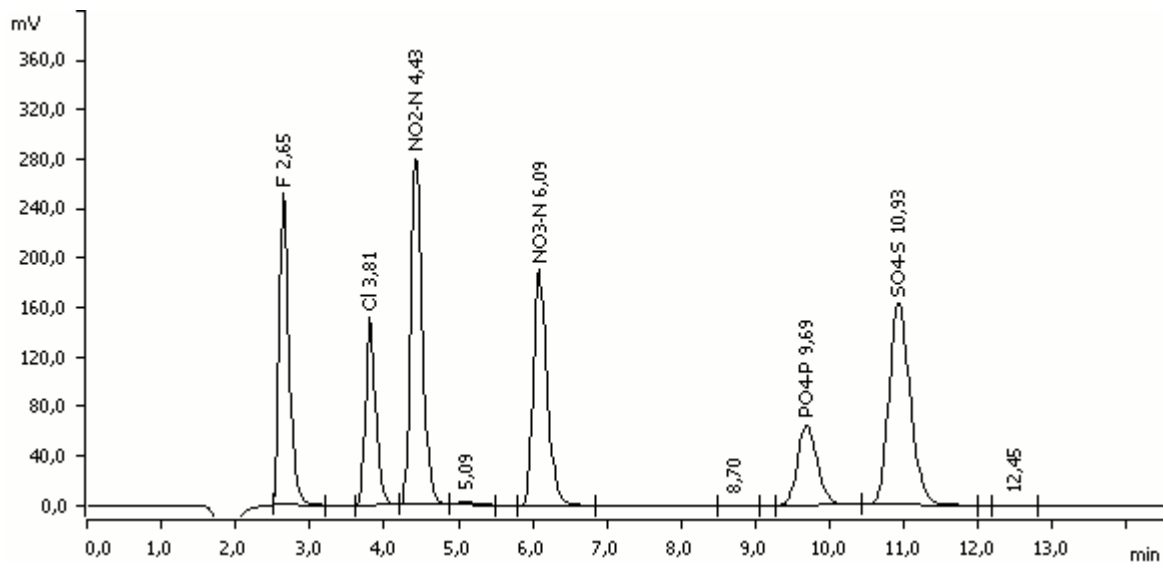
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (2,0 mg/l F), K2IC (0,1 mg/l F), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC) bzw. 10 % (K2IC)
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Fluorid-Konzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten



Chromatogramm des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Fe	Feges	ICP(sim)	FeFegesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

E I S E N

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0003	0,0009	400

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Fe

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D17.1.6.2
HFA-Code	0422001 (238.204 nm, axial), 0412001 (238.204 nm, radial) 0412005 (271.441 nm, radial)

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird für den Konzentrationsbereich bis 10 mg/l eine axiale Plasmabetrachtung gewählt. Oberhalb dieses Bereichs wird das Plasma radial betrachtet.

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Fe	Feges	ICP(sim)	FeFegesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Fe

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Fe: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Fe

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Fe-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben.

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Fe	Feges	ICP(sim)	FeFegesICP19.1	3

Fe

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,25 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2,5 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 5 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Fe	Feges	ICP(sim)	FeFegesICP19.1	4

HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 7,5 ml des 10 g/l Fe enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

Fe

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Fe auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Fe
KW 1	2,0 mg/l Fe
KW 2	20,0 mg/l Fe
KW 3	50,0 mg/l Fe
KW 4	100,0 mg/l Fe
KW 5	10,0 mg/l Fe
KW 6	5,0 mg/l Fe
KW 7	200,0 mg/l Fe
KW 8	300,0 mg/l Fe

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l Fe

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Fe	Feges	ICP(sim)	FeFegesICP19.1	5

Methoden-Nr.	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [mg/l]: Standards:	Fe 238.204 axial BG – 2 Blank KW 1 KW 5 KW 6	Fe 238.204 radial 2 - 20 KW 1 KW 2 KW 5 KW 6	Fe 238.204 radial 20 – 100 KW 2 KW 3 KW 5 KW 6	Fe 271.441 radial 100 - OMG KW 3 KW 4 KW 8
Bemerkungen:	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 1 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 20 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 1 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 20 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 1 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 20 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 14 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 13 Pixelanzahl: 2

Fe

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Fe	Feges	ICP(sim)	FeFegesICP19.1	6

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Fe-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Fe

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
HK	HK	TITRATOR	HAHKTIT2.1	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.04.2011

H-Wert-Titration

Untersuchungsmethode

NG

BG

OMG

AKKAH1.1			
----------	--	--	--

geeignet für:

Boden	AKKAH1.1
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	---
HFA	D76.1
HFA-Code	Untersuchungsmeth.: C1;15;-3;-3;-3; Elementbestimmungsmeth.: D;10;2;2;3;4;3

HK

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

In dieser Methode wird die Titration, der durch Extraktion einer Bodenprobe mit einer Borat-Calciumchloridlösung gewonnenen H-Wert-Lösung, zum Endpunkt pH 6.0 beschrieben. Der HCl-Verbrauch bis zu diesem pH-Wert wird in die Berechnung des H-Wertes (s. Untersuchungsmethode AKKAH1.1) einbezogen.

Störungen:---

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung TIT3.1	VEB Forstprojektierung Potsdam, Labor Eberswalde (1988): Arbeitsvorschrift zur Bestimmung der Sorptionsverhältnisse von Waldböden nach Kappen-Adrian

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
HK	HK	TITRATOR	HAHKTIT2.1	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

Titrator TIM 865, Fa. Radiometer
 Automatischer Probenehmer SAC90, 2 Probenteller mit je 42 Positionen
 Rührer, Fa. Radiometer
 Probengefäße, Gesamtvolumen 70 ml für Probenvolumen 20 ml, PE, Fa. Radiometer
 Software TitraMaster 85, Version 5.1.0, Fa. Radiometer
 Orion Ross-pH-Kombinationselektrode 8104 BN
 Temperaturfühler T201, Fa. Radiometer

Chemikalien:

Pufferlösungen: pH 4.00, 7.00 (20°C) Fa. Merck
 Pufferlösungen: pH 4.00, 7.00 (20°C) Fa. Mettler-Toledo, Einzelportionen in Beutel, zertifiziert
 Aufbewahrungslösung für pH-Elektroden Fa. Metrohm
 Elektrolytlösung für Ross-pH-Kombinationselektroden Fa. Orion
 Salzsäure: 0.1 M Titrisolampulle, Fa. Merck

HK

Lösungen:

I 0.1 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l-Kolben geben und mit H₂O demin. auf 1 l auffüllen.

Haltbarkeit der verschiedenen Lösungen:

Reagenz:	Haltbarkeit		Bemerkungen
	offen (am Gerät)	geschlossen (im Kühlschrank)	
I	1 Jahr	1 Jahr	/

Eichung/:

Einzelbestimmung:

<u>Eichstandards:</u> (20°C)	
Puffer	pH 7,00
Puffer	pH 4,00

<u>Kontrollstandards:</u> (20°C)	
Puffer	pH 7,00
Puffer	pH 4,00

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung TIT 3.1 beschrieben.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
HK	HK	TITRATOR	HAHKTIT2.1	-	3

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	Asymmetriepotential/Nullpunkt und Steilheit /Empfindlichkeit) der Elektrode nach jeder Eichung kontrollieren. Empfindlichkeit: 90-103%, Nullpunkt 5,8-7,5
Kontrollstandard	QKSt1.1	Puffer pH 4.00, 7.00; Messung der Kontrollpuffer 7,00 und 4,00 nach der Eichung und am Ende der Messungen; erlaubte Abweichung +/- 0.02 (s.o.). Bei höherer Abweichung wird die Eichung wiederholt, dann die Messung der 2 Kontrollpuffer. Bei Messwerten der Kontrollpuffer außerhalb der Grenze +/- 0.02 werden die Proben wiederholt.
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Daten wie in TIT3.1 beschrieben abspeichern. Datenlisten abheften.

HK

Anhang Nr.

1

für

HK

HK

TITRATOR

HAHKTIT2.1

Methodenparameter Titrator TIM 865:

KALIBRIERUNG HCL

Application data

Application ID: KalibrierungHCl
 Category: Kalibrierung/QC
 User name: Supervisor
 Creation date: 2011/3/16 16:48:12
 Compatibilities: TIM860/865
 Sequence name: TM85 Sequence

Station configuration

Stirrer speed: 450 rpm
 Sample changer: SAC 90
 2 rinses
 Rinse time 00:00:05 hh:mn:ss

HK

Sequence

Beakers	Method	Category
1	08104 pH	Electrod calibration
2	QC pH 7,00	Sample
3	QC pH 4,00	Sample
4	QC H-Wert	Sample

Electrode**08104 pH**

Type: pH Combined Built-in temperature sensor: No
 Temperature type: Probe Temperature sensor: T201
 Internal pH: 6.65 pH
 Periodicity: 1 day(s)
 Number of cycles: 1

Calibration data

Stability criterion: 30 mpH/min Accept time: 01:30 mn:ss
 max stab. time: 03:00 mn:ss
 Iso pH: 6.65 pH

Standards

Standard 1: 7.00 (4-7-10)
 Standard 2: 4.00 (4-7-10)

Electrode**T201**

Type: Temperature sensor

Reagents**Reagent****HCl 0,1**

Unit: mol/l

Method**QC pH 7,00**

method type: Direct measurement Measurement type: pH
 QC: No
 Temperature: T201 Number of tests: 1
 Grounding: Reference

Anhang Nr.

1

für

HK

HK

TITRATOR

HAHKTIT2.1

Auxiliary output: No

Parameters

Active electrode: 08104 pHC

Stability criterion: 30 mpH/min

Max. stab. time: 03:00 mn:ss

Stirring: Yes

Result

Unit: pH

Global variable: No

Acceptance criteria: Yes

High temperature limit: 0 °C

Low result limit: 6,95 pH

Method

method type: Direct measurement

QC: No

Temperature: T201

Grounding: Reference

Auxiliary output: No

Parameters

Active electrode: 08104 pHC

Stability criterion: 30 mpH/min

Max. stab. time: 03:00 mn:ss

Stirring: Yes

Result

Unit: pH

Global variable: No

Acceptance criteria: Yes

High temperature limit: 0 °C

Low result limit: 3,95 pH

Method

method type: Titration

Titration type: End Point titration

QC: No

Temperature: T201

Grounding: Reference

Auxiliary output: No

Blank: No

Parameters

Active electrode: 08104 pHC

Predose value: 0 ml

Maximum volume: 25 ml

Burette minimum speed: 0.02 ml/min

End point value no.1: 6 pH

EP delay no.1: 00:00:10 hh:mn:ss

Acceptation: 02:30 mn:ss

Digits number: 4

Low temperature limit : 60 °C

High result limit: 7,05 pH

Measurement type: pH

Number of tests: 1

Acceptation: 02:30 mn:ss

Digits number: 4

Low temperature limit : 60 °C

High result limit: 4,05 pH

Measurement type: pH

Number of tests: 1

Start timer: 00:00:10
hh:mn:ss

Direction: Decreasing

Burette maximum speed: 2 ml/min

Proportional band no.1: 6,2 pH

HK

Anhang Nr.

1

für

HK

HK

TITRATOR

HAHKTIT2.1

Sample

Sample amount: 20 ml

Results

Result ID no.1: R1

Unit: ml Digits number: 4

Global variable: No

Acceptance criteria: No

Messmethode**KAPPEN-ADRIAN HCL****Application data**

Application ID: Kappen-Adrian HCl
 Category: Proben
 Creation date: 2011/3/16 16:51:57
 Compatibilities: • TIM860/865
 Sequence name: TM85 Sequence

Station configuration

Stirrer speed: 450 rpm
 Sample changer: SAC 90
 2 rinses
 Rinse time 00:00:05 hh:mn:ss

Sequence

Beakers	Method	Category
1	HCl	Sample

Electrodes**Electrode** 08104 pHc

Type: pH Combined Built-in temperature sensor: No

Temperature type: Probe Temperature sensor: T201

Internal pH: 6.65 pH

Periodicity: 1 day(s)

Number of cycles: 1

Calibration data

Stability criterion: 30 mpH/min Accept time: 01:30 mn:ss

max stab. time: 03:00 mn:ss

Iso pH: 6.65 pH

Standards

Standard 1: 7.00 (4-7-10)

Standard 2: 4.00 (4-7-10)

Electrode T201

Type: Temperature sensor

Reagents**Reagent** HCl 0,1

Unit: mol/l

HK

Anhang Nr.

1

für

HK

HK

TITRATOR

HAHKTIT2.1

Methods**Method**

method type:	HCl	Titration	Measurement type:	pH
Titration type:		End Point titration		
QC:		No		
Temperature:		T201	Number of tests:	1
Grounding:		Reference		
Auxiliary output:		No		
Blank:		No		

Parameters

Active electrode:	08104 pHc			
Predose value:	0 ml	Start timer:	00:00:10	
Maximum volume:	25 ml	Direction:	Decreasing	
Burette minimum speed:	0.02 ml/min	Burette maximum speed:	2 ml/min	
End point value no.1:	6 pH			
EP delay no.1:	00:00:10 hh:mn:ss	Proportional band no.1:	7,8 pH	

Sample

Sample amount:	20 ml
----------------	-------

Results

Result ID no.1:	R1		
Unit:	ml	Digits number:	4
Global variable:	No		
Acceptance criteria:	No		

HK

Anhang Nr.

1

für

HK	HK	TITRATOR	HAHKTIT2.1
----	----	----------	------------

HK

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
K	Kges	ICP(sim)	KKgesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

K A L I U M

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,014	0,045	100

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D30.1.6.4
HFA-Code	0412000

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasma-betrachtung erfolgt radial.

K

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
K	Kges	ICP(sim)	KKgesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 %. HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

K: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l K

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der K-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben.

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
K	Kges	ICP(sim)	KKgesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,025 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2,5 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,5 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen

K

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
K	Kges	ICP(sim)	KKgesICP19.1	4

HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2 ml des 10 g/l K enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben K auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

K

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l K
KW 1	5,0 mg/l K
KW 2	1,0 mg/l K
KW 3	40,0 mg/l K
KW 4	20,0 mg/l K
KW 5	10,0 mg/l K
KW 6	100,0 mg/l K
KW 7	60,0 mg/l K
KW 8	80,0 mg/l K

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l K

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
K	Kges	ICP(sim)	KKgesICP19.1	5

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	K 766.490 radial BG – 10 Blank KW 1 KW 2 KW 5	K 766.490 radial 10 – OMG KW 3 KW 4 KW 5 KW 6 KW 7 KW 8
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 16 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 6 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 16 Pixelanzahl: 1

K

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
K	Kges	ICP(sim)	KKgesICP19.1	6

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen K-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mg	Mgges	ICP(sim)	MgMggesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

M A G N E S I U M

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0005	0,002	100

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D36.1.6.2
HFA-Code	0412002 (285.213 nm), 0412000 (279.079 nm)

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasma-betrachtung erfolgt radial.

Mg

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mg	Mgges	ICP(sim)	MgMggesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Mg: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Mg

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Mg-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben.

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,1 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mg	Mgges	ICP(sim)	MgMggesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,5 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2,5 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mg	Mgges	ICP(sim)	MgMggesICP19.1	4

HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 2 ml des 10 g/l Mg enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Mg auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Mg
KW 1	4,0 mg/l Mg
KW 2	2,0 mg/l Mg
KW 3	40,0 mg/l Mg
KW 4	20,0 mg/l Mg
KW 5	10,0 mg/l Mg
KW 6	60,0 mg/l Mg
KW 7	100,0 mg/l Mg
KW 8	80,0 mg/l Mg

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l Mg

Mg

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mg	Mgges	ICP(sim)	MgMggesICP19.1	5

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Mg	Mg
Wellenlänge:	285.213	279.079
Plasma- beobachtung:	radial	radial
Messbereich [mg/l]:	BG – 10	10 – OMG
<u>Standards:</u>	Blank KW 2 KW 5	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 5 KW 6 KW 7 KW 8
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 3 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl: 1	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 17 Pixelanzahl: 1

Mg

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mg	Mgges	ICP(sim)	MgMggesICP19.1	6

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Mg-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mn	Mnges	ICP(sim)	MnMngesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

M A N G A N

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0001	0,0004	50

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	
HFA	D37.1.6.4
HFA-Code	0422003 (260.569 nm, axial), 0412009 (293.930 nm, radial)

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird für den Konzentrationsbereich bis 2 mg/l eine axiale Plasmabetrachtung gewählt. Oberhalb dieses Bereichs wird das Plasma radial betrachtet.

Mn

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen eines, bzw. 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mn	Mnges	ICP(sim)	MnMngesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Mn: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Mn

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Mn-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben.

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mn	Mnges	ICP(sim)	MnMngesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,025 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,75 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mn	Mnges	ICP(sim)	MnMngesICP19.1	4

HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 1,25 ml des 10 g/l Mn enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Mn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Mn
KW 1	2,0 mg/l Mn
KW 2	10,0 mg/l Mn
KW 3	20,0 mg/l Mn
KW 4	1,0 mg/l Mn
KW 5	5,0 mg/l Mn
KW 6	30,0 mg/l Mn
KW 7	40,0 mg/l Mn
KW 8	50,0 mg/l Mn

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	5,0 mg/l Mn

Mn

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mn	Mnges	ICP(sim)	MnMngesICP19.1	5

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Mn	Mn
Wellenlänge:	260.569	293.930
Plasma- beobachtung:	axial	radial
Messbereich [mg/l]:	BG – 2	2 – OMG
<u>Standards:</u>	Blank KW 1 KW 2 KW 4 KW 5	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 5 KW 6 KW 7 KW 8
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 18 Pixelanzahl: 1

Mn

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Mn	Mnges	ICP(sim)	MnMngesICP19.1	6

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Mn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	NO ₂	IC	NNO2IC2.2	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.8.2009

NITRIT

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,009	0,030	33

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D58.5.4.1
HFA-Code	0714102

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Supressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm Nitrit) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen, und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

N

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991
Sammelanhang S17.2: Grundeichung + Geräteparameter Gerätekurzanleitung IC2.1	Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	NO ₂	IC	NNO2IC2.2	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

N

Lösungen:

Eluent-Anionen: In einem 2 l-Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃ ,sowie 0,084 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l NO₂: 1 g/l Nitrit als Natriumnitrit => 1 g/l NO₂

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄⁻-Stammlösung und je 0,5 ml Cl⁻ und F⁻-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin. auf 100 ml aufgefüllt.
=> 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	NO ₂	IC	NNO2IC2.2	-	3

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	1,824 mg/l NO ₂ -N
K2IC:	0,076 mg/l NO ₂ -N

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.2) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

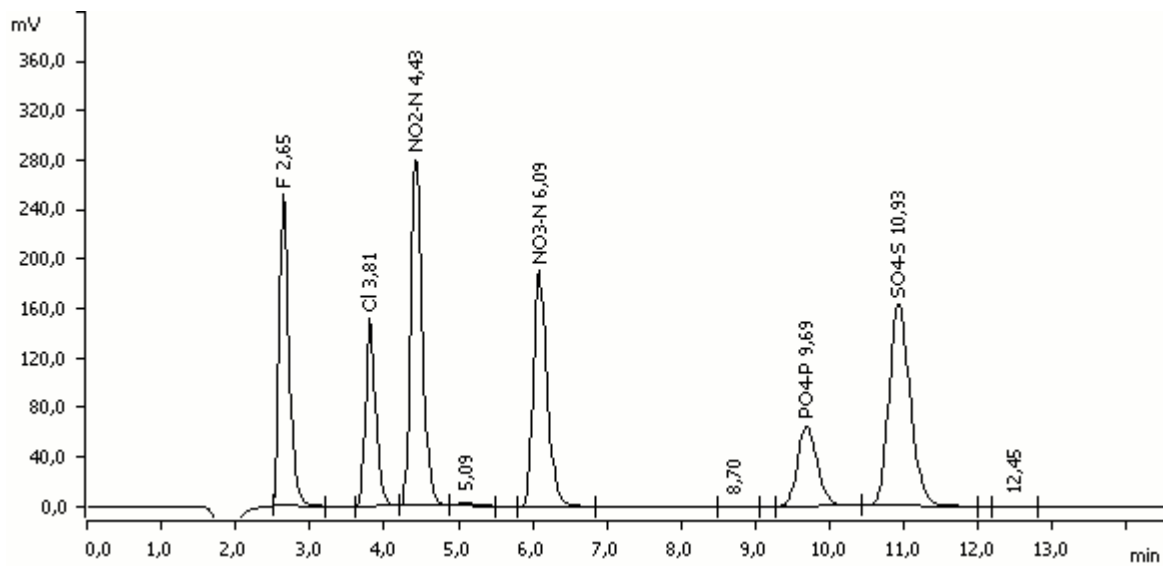
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (1,824 mg/l N), K2IC (0,076 mg/l N), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC).
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

N

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Nitritkonzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogramm des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	NO ₃	IC	NNO3IC2.2	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.8.2009

NITRAT

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,007	0,023	44

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D58.4.4.1
HFA-Code	0714102

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/ Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Supressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm Nitrat) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen, und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

N

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991
Sammelanhang S17.2: Grundeichung + Geräteparameter	Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987
Gerätekurzanleitung IC2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	NO ₃	IC	NNO3IC2.2	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

N

Lösungen:

Eluent-Anionen: In einem 2 l-Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃, sowie 0,084 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l NO₃: 1 g/l Nitrat als Natriumnitrat => 1 g/l NO₃

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄⁻-Stammlösung und je 0,5 ml Cl⁻ und F⁻-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin. auf 100 ml aufgefüllt.

⇒ 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

⇒

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
N	NO ₃	IC	NNO3IC2.2	-	3

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	1,354 mg/l NO ₃ -N
K2IC:	0,0564 mg/l NO ₃ -N

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.2) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

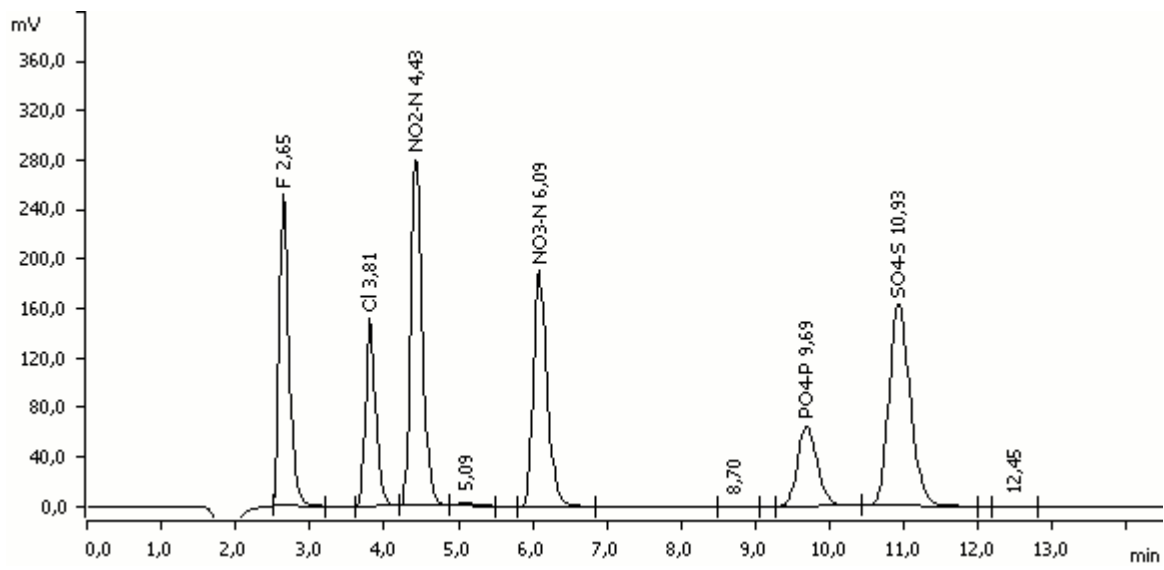
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (1,354 mg/l N), K2IC (0,0564 mg/l N), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC).
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

N

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Nitratkonzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogramm des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
N	Nges	CN	NNgesCNS5.2	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 25.10.2010

STICKSTOFF gesamt

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ATNULL (Pflanze, Humus)	0,0004 mg abs.	0,013 mg abs.	2 mg abs.
ATNULL (Boden)	0,0004 mg abs.	0,013 mg abs.	4 mg abs.

geeignet für:

Boden	ATNULL
Humus	ATNULL
Pflanze	ATNULL
Wasser	

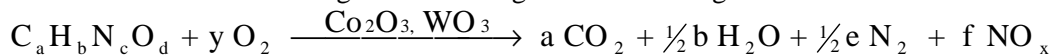
Methodenverweise:

Norm	---
HFA	D58.1.1.1, D58.1.2.1, D58.1.1.3.1
HFA-Code	0812590

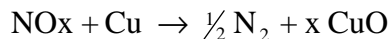
Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Der Aufschluss der Probe (Boden-, Humus- oder Pflanzenmaterial) erfolgt durch Verbrennung im Sauerstoff/Heliumstrom bei einer Temperatur von 1020 °C, wobei die Proben dem Oxidationsrohr in Zinnkartuschen zugeführt werden. Bei der Verbrennung des Zinns entstehen in unmittelbarer Nähe der Probe kurzfristig Temperaturen von 1600-1800 °C, wodurch auch schwer verbrennbare Substanzen wie schwer zersetzbare Carbonate (z.B. Dolomite) erfasst werden. Außerdem enthält das Oxidationsrohr Kobaltoxid und Wolframoxid, die als Katalysatoren dienen.

Bei der Oxidation der C- und N-haltigen Verbindungen entstehen folgende Stoffe:



Da organische Substanz neben C, H, O und N auch S sowie Halogene enthält, entstehen neben den oben aufgeführten Verbindungen, flüchtige Halogen- und Schwefelverbindungen. Diese müssen vor dem Eintritt des Messgases in die Wärmeleitfähigkeitsmesszelle (WLD) aus dem Gasstrom entfernt werden, da sie sonst miterfasst würden. Sie sind an Silberionen, mit denen das als Katalysator dienende Kobaltoxid beschichtet ist, gebunden. Hinter dem Verbrennungsrohr befindet sich das mit Kupfer gefüllte Reduktionsrohr, in dem die Stickoxide zu elementarem Stickstoff reduziert werden und überschüssiger Sauerstoff aus dem Gasstrom entfernt wird:



Das aus CO₂, N₂, H₂O und Helium bestehende Gasgemisch wird anschließend durch ein mit Mg(ClO₄)₂ gefülltes Glasrohr geleitet, um das Wasser aus dem Gasstrom zu entfernen. Helium wird als Trägergas verwendet, da es keine Reaktionen eingeht. Anschließend werden Kohlendioxid und Stickstoff gaschromatographisch getrennt. Zunächst durchströmt das aus Stickstoff und Helium bestehende Gasgemisch, dann das aus Kohlendioxid und Helium bestehende Gasgemisch die Messzelle des Wärmeleitfähigkeitsdetektors. Die Spannung der Messzelle wird mit der Spannung der Referenzmesszelle, die nur von Helium durchströmt wird, verglichen. Gemessen wird die Peakfläche, da unterschiedliche organische Verbindungen ein unterschiedliches Verbrennungsverhalten haben, und dadurch zwar die Fläche der Peaks, nicht jedoch die Höhe der Peaks gleich ist.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Gasflussdiagramm Gerätekurzanleitung CN1.1	Bedienungsanl. Elementaranalysator Euro EA Smith, Soil Analysis 1983

N

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
N	Nges	CN	NNgesCNS5.2	2

Störungen: keine

Analysengeräte und Zubehör:

CN- Elementaranalysator Euro EA mit automatischem Probengeber, Fa. Hekatech
Mikrowaage von Sartorius ME5 0,001 mg
Zinnkartuschen, 5 x 9 mm
Verschlusswerkzeug für die Zinnkartuschen, Fa. Hekatech
Mikrotiterplatten
Pinzette, gerade und gebogen
Mikrospatel
Ionisationsgebläse, Sartorius YIB01-0DR
Ascheeinsatz, 17 mm, aus Keramik, Fa Hekatech
Reduktionsrohr, Quarzrohr mit Verjüngung auf 6 mm, Außendurchmesser 18 mm, Länge 450 mm

Chemikalien:

Ethylendinitrilotetra-Essigsäure EDTA Titriplex II (p.a.), Fa. Merck Nr. 1.08417
Magnesiumperchlorat granuliert (p.a.), Fa. Merck Nr. 5874
Quarzwolle
Quarzsplitter
Cu-Stäbchen, reduziert hohe Sauerstoffaufnahme Nr. HE33835301, Fa.Hekatech
CHN-Oxidationsreaktor für Aschefänger, fertig befüllt mit (von unten): Quarzwolle, 10 g Co_2O_3 ,
Quarzwolle, 1,2 g WO_3 auf 12 g Al_2O_3 , Quarzwolle, Nr. HE46830510, Fa. Hekatech

Lösungen:

Keine

Eichung/Standards:

Eichsubstanz:

EDTA (Ethylendinitrilo-Essigsäure) N-Gehalt: 9,57 %

Eichung:

Vor Beginn der Messung werden Proben und Blindwerte zur Überprüfung der Eichung gemessen:

5. Eine Probe als sogen. Rohrputzer oder Einlaufprobe zur Konditionierung des Gerätes (Byp = Bypass)
6. Eine leere Zinnkartusche zur Überprüfung der Sauberkeit des Probengeberbereichs (Smp = Sample)
7. Zwei EDTA-Standards (ca. 1 mg und 3 mg) als (Smp = Sample)
8. Eine oder mehrere Kontrollproben, angepasst an die zu messenden Proben (z.B. Spruce Needles bei Humus- und Pflanzenproben, Boden1 bei Boden).

Die Messwerte der EDTA- und Kontrollstandards sollten nicht mehr als 1 % vom Sollwert abweichen. Die Fläche der Blindwertpeaks sollte < 12000 Flächeneinheiten sein.

Liegen die gemessenen Werte außerhalb der erlaubten Bereiche, so werden zunächst verschiedene Prüfungen am Gerät durchgeführt (s. Gerätekurzanleitung CN1.1). Führen diese nicht zu Messwerten von Standards und Blanks innerhalb der erlaubten Bereiche, so muss neu geeicht

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
N	Nges	CN	NNgesCNS5.2	3

werden. Eine neue Eichung sollte außerdem nach dem Austausch des Oxidations- und/oder Reduktionreaktors erfolgen:

3 Konditionierungsproben (Zinnkartuschen mit Probe gefüllte) Byp = Bypass

3 leere Zinnkartuschen, Blk = Blank

2 EDTA (ca. 1 und 3 mg), Std = Standard

2 EDTA (ca. 1 und 3 mg), Spc = Special

1-2 Kontrollstandards, Smp = Sample

Aus den Blanks und zwei EDTA-Standards wird die Eichung berechnet, die für die nachfolgenden Messungen verwendet werden kann.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt, wie in der Gerätekurzanleitung CN1.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

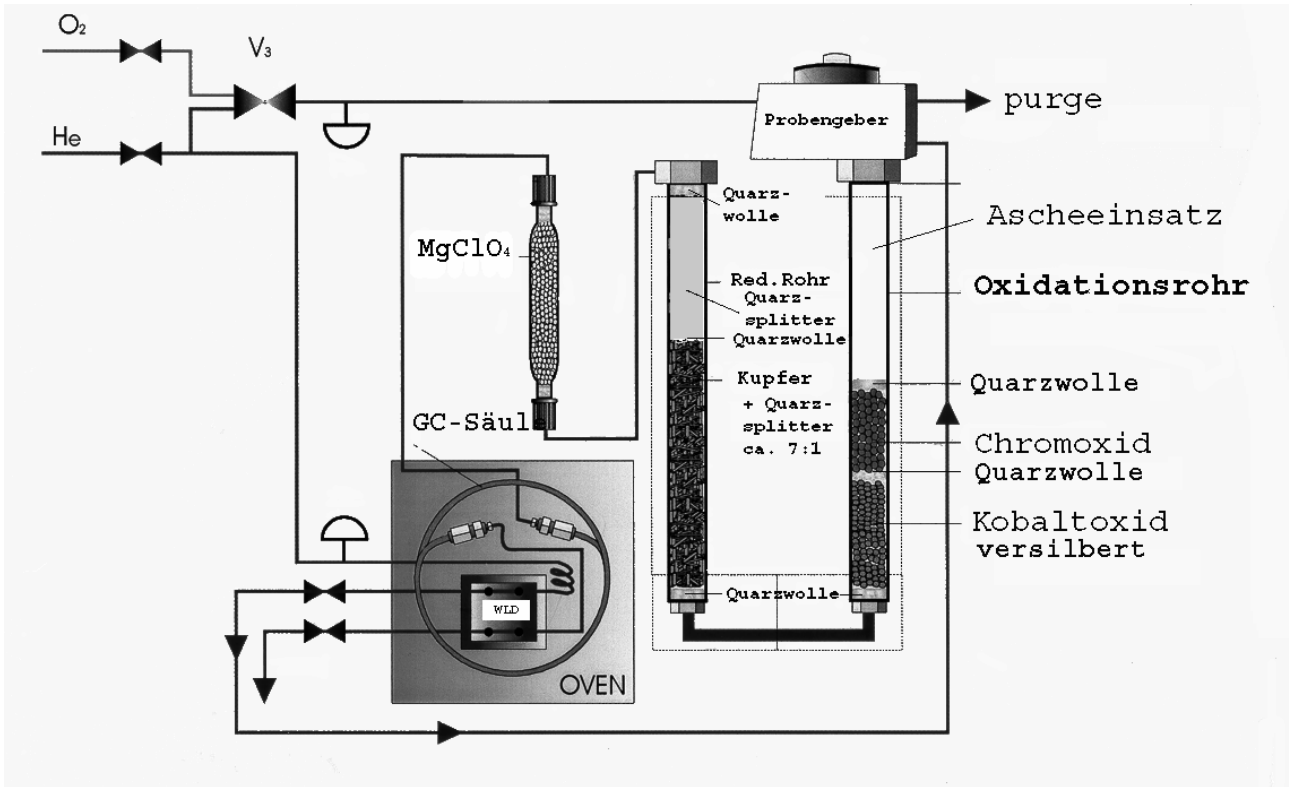
Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	EDTA 9,57 % N, erlaubte Abweichung 3 %, Spruce needles (Pflanze) 1,889 % N, erlaubte Abweichung 5 % Boden1 (Boden) 0,216 % N, erlaubte Abweichung 5 %
Standardmaterial	QStM.1.2	NFVH (Humus) 2,15 % N, erlaubte Abweichung 5 % BZE-HUM (Humus) 2,06 % N, erlaubte Abweichung 12 % Beech leaves (Pflanze) 2,63 % N, erlaubte Abweichung 5 % NHARZ (Pflanze) 1,23 % N, erlaubte Abweichung 5 % Boden4 (Boden) 0,048 % N, erlaubte Abweichung 5 % BZE-THUE (Boden) 0,0596 % N, erlaubte Abweichung 5 % BioSoil (Boden) 0,5 %, erlaubte Abweichung 10 % Messung eines Standards alle 10 Proben, je nach Probenart im Wechsel
Wiederholungsproben	QWP1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen N-Gehalte werden in die entsprechenden Datenlisten eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm Relaq_V3 bearbeitet.

N

Flussdiagramm Euro EA, Hekatech:



Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Na	Nages	ICP(sim)	NaNagesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

N A T R I U M

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,005	0,015	10

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D39.1.6.4
HFA-Code	0412000

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasma-betrachtung erfolgt radial.

Na

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Na	Nages	ICP(sim)	NaNagesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Na: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Na

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Na-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Na	Nages	ICP(sim)	NaNagesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,075 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,025 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,1 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Na	Nages	ICP(sim)	NaNagesICP19.1	4

Standardlösung KW 7: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,15 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Cu, 5 mg/l Al, 6 mg/l Na, 40 mg/l Mn, 60 mg/l K, 100 mg/l Mg, 200 mg/l Ca und Fe.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,2 ml des 10 g/l Na enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Na auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Na
KW 1	2,0 mg/l Na
KW 2	10,0 mg/l Na
KW 3	3,0 mg/l Na
KW 4	1,0 mg/l Na
KW 5	5,0 mg/l Na
KW 6	4,0 mg/l Na
KW 7	6,0 mg/l Na
KW 8	8,0 mg/l Na

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l Na

Na

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Na	Nages	ICP(sim)	NaNagesICP19.1	5

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	Na 589.592 radial BG – OMG Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 5 KW 6 KW 7 KW 8
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 18 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 17 Pixelanzahl: 2

Na

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Na	Nages	ICP(sim)	NaNagesICP19.1	6

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Na-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ni	Niges	ICP(sim)	NiNigesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

N I C K E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,32	1,02	500

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D42.1.6.6
HFA-Code	0422000

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Ni

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ni	Niges	ICP(sim)	NiNigesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ni: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Ni

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Ni-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 25 µl des 1 g/l Ni enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ni	Niges	ICP(sim)	NiNigesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 50 µl des 1 g/l Ni enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 75 µl des 1 g/l Ni enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 125 µl des 1 g/l Ni enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Ni

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Ni auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Ni
KW 1	100,0 µg/l Ni
KW 2	200,0 µg/l Ni
KW 3	300,0 µg/l Ni
KW 4	500,0 µg/l Ni
KW 5	0,0 µg/l Ni
KW 6	0,0 µg/l Ni
KW 7	0,0 µg/l Ni
KW 8	0,0 µg/l Ni

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ni	Niges	ICP(sim)	NiNigesICP19.1	4

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	100,0 µg/l Ni

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Ni
Wellenlänge:	231.604
Plasma- beobachtung:	axial
Messbereich [µg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 5 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 20 Pixelanzahl: 1

Ni

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ni	Niges	ICP(sim)	NiNigesICP19.1	5

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ni-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ni	Niges	ICP(sim)	NiNigesICP19.1	6

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

PHOSPHOR

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,003	0,01	20

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D44.1.6.1
HFA-Code	0422001

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

P

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

P: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l P

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der P-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l P enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l P enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l P enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,025 ml des 10 g/l P enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l P enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben P auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP19.1	4

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l P
KW 1	2,0 mg/l P
KW 2	10,0 mg/l P
KW 3	20,0 mg/l P
KW 4	1,0 mg/l P
KW 5	5,0 mg/l P
KW 6	0,0 mg/l P
KW 7	0,0 mg/l P
KW 8	0,0 mg/l P

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l P

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	P
Wellenlänge:	213.618
Plasma- beobachtung:	axial
Messbereich	BG – OMG
[mg/l]:	
<u>Standards:</u>	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 5
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund-</u> <u>Korrektur:</u> Pos. links: 3 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 15 Pixelanzahl: 1

P

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP19.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10%

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen P-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
P	Pges	ICP(sim)	PPgesICP19.1	6

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	PO ₄	IC	PPO4IC2.2	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.8.2009

PHOSPHAT

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,023	0,079	16,5

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D44.2.4.1
HFA-Code	0714102

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Suppressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm Phosphat) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

P

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991
Sammelanhang S17.2: Grundeichung + Geräteparameter	Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987
Gerätekurzanleitung IC2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	PO ₄	IC	PPO4IC2.2	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

Lösungen:

Eluent-Anionen: In einem 2 l-Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃, sowie 0,084 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

P

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l PO₄: 1 g/l Phosphat als Kaliumhydrogensulfat => 1 g/l PO₄

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄-Stammlösung und je 0,5 ml Cl⁻ und F⁻-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin. auf 100 ml aufgefüllt.

=> 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
P	PO ₄	IC	PPO4IC2.2	-	3

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	1,954 mg/l PO ₄ -P
K2IC:	0,0814 mg/l PO ₄ -P

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.2) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

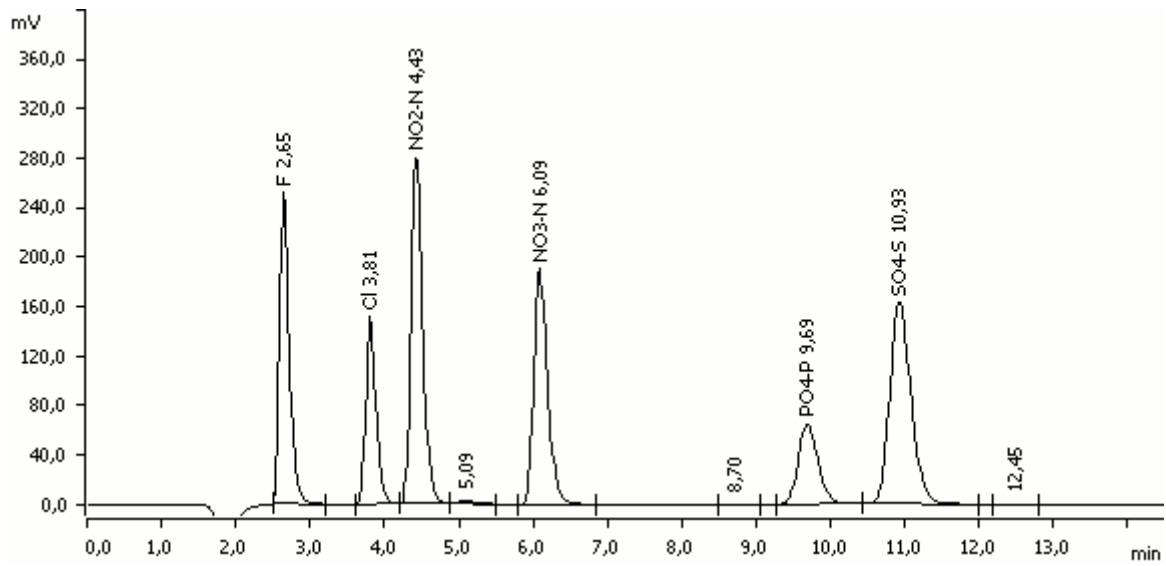
Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (1,954 mg/l P), K2IC (0,0814 mg/l P), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC).
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Phosphatkonzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogramm des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

B L E I

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,88	2,91	3000

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D6.1.6.6
HFA-Code	0422010

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Pb

Störungen:

Die Elemente Aluminium und Eisen stören durch Linienüberlagerung. Diese Störungen werden durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis ermittelter Korrekturfaktoren behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Pb: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Pb

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Pb-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 500 µl des 1 g/l Pb enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP19.1	3

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 250 µl des 1 g/l Pb enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Standardlösung KW 8: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 125 µl des 1 g/l Pb enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Pb, 1500 µg/l Cr, 2,5 mg/l Ca, 8 mg/l Na, 50 mg/l Mn, 80 mg/l K und Mg, 200 mg/l Al, 300 mg/l Fe

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Pb auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Pb
KW 1	0,0 µg/l Pb
KW 2	2000,0 µg/l Pb
KW 3	0,0 µg/l Pb
KW 4	0,0 µg/l Pb
KW 5	0,0 µg/l Pb
KW 6	1000,0 µg/l Pb
KW 7	0,0 µg/l Pb
KW 8	500,0 µg/l Pb

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	500,0 µg/l Pb

Pb

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP19.1	4

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [µg/l]: <u>Standards:</u>	Pb 220.353 axial BG – OMG Blank KW 2 KW 6 KW 8
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 16 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 1 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 4 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 14 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Pb

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Pb	Pbges	ICP(sim)	PbPbgesICP19.1	5

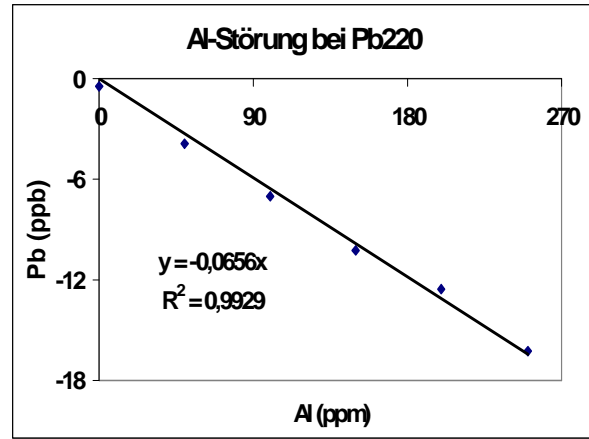
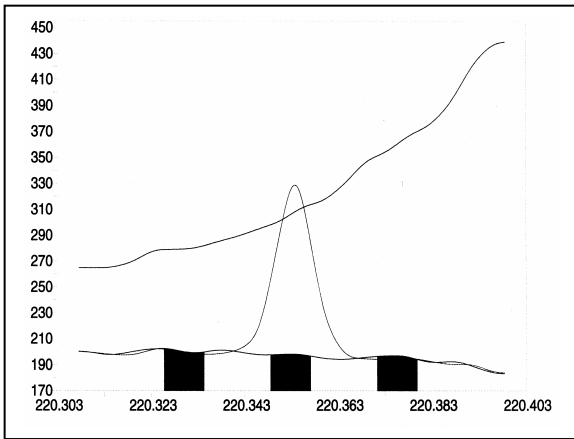
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Pb-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

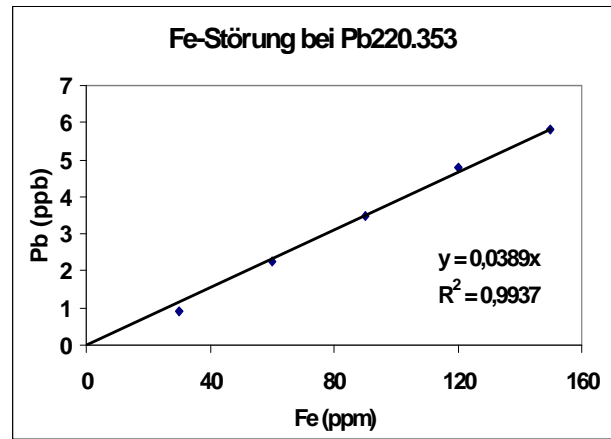
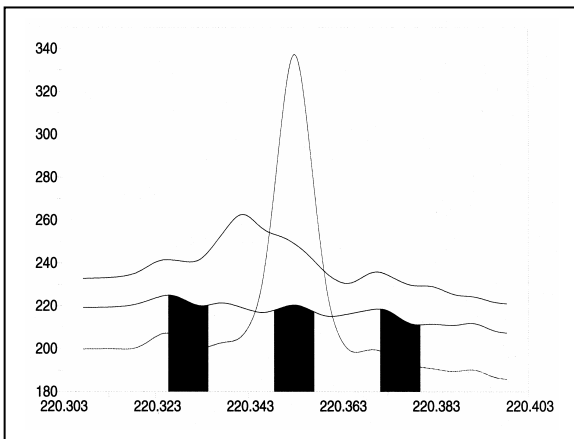
Al (100 ppm) Störung bei Pb220.353 (50 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,0656)



Fe (150 ppm) Störung bei Pb220.353 (50 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = -0,0389)



Die Interelementkorrekturfaktoren müssen in regelmässigen Abständen angepasst werden.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

S C H W E F E L

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,003	0,009	20

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D54.1.6.1
HFA-Code	0422000

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

S

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

S: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l S

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der S-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l S enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP19.1	3

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,5 ml des 10 g/l S enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,125 ml des 10 g/l S enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,25 ml des 10 g/l S enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben S auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l S
KW 1	2,0 mg/l S
KW 2	0,0 mg/l S
KW 3	20,0 mg/l S
KW 4	5,0 mg/l S
KW 5	10,0 mg/l S
KW 6	0,0 mg/l S
KW 7	0,0 mg/l S
KW 8	0,0 mg/l S

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	5,0 mg/l S
<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP19.1	4

Element:	S
Wellenlänge:	182.034
Plasma- beobachtung:	axial
Messbereich [mg/l]:	BG – OMG
<u>Standards:</u>	Blank KW 1 KW 3 KW 4 KW 5
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 5 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 1 Pixelanzahl: 2 Pos. rechts: 19 Pixelanzahl: 2

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10%

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP19.1	5

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen S-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S	Sges	ICP(sim)	SSgesICP19.1	6

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
S	SO ₄	IC	SSO4IC2.2	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 1.8.2009

S U L F A T

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
ANULLIC	0,015	0,051	33

geeignet für:

Boden	
Humus	
Pflanze	
Wasser	ANULLIC

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 10304-1
HFA	D54.2.4.1
HFA-Code	0714102

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

Bei der Ionenchromatographie werden zunächst die Anionen über eine Austauschersäule getrennt, und anschließend über eine Leitfähigkeitsmessung detektiert und quantifiziert. Die Trennung der Anionen erfolgt durch Ionenaustausch zwischen einer stationären Phase und einer mobilen Phase. Die stationäre Phase in der Austauschersäule besteht in diesem Fall aus einem Polyvinylalkohol mit quartären Ammoniumgruppen als funktionellen Gruppen, an die entsprechende Gegenionen gebunden sind. Diese können gegen die zu trennenden Ionen der Probelösung, die in die mobile Phase eingespritzt wird, ausgetauscht werden. Der Austauschprozess ist für jedes Ion durch ein entsprechendes Ionenaustauschgleichgewicht charakterisiert, das die Verteilung zwischen mobiler und stationärer Phase bestimmt. Die verschiedenen ionischen Komponenten einer Probe wandern deshalb aufgrund ihrer unterschiedlichen Affinität zur stationären Phase unterschiedlich schnell durch die Säule und werden so getrennt. Als Eluent (= mobile Phase) wird hier eine Natriumcarbonat/Hydrogencarbonatlösung verwendet. Wegen der hohen Grundleitfähigkeit des Eluenten wird vor der Leitfähigkeitsdetektion ein sogenannter Supressor zwischengeschaltet, der durch Austausch der Na-Ionen gegen Protonen das stark leitende Natriumhydrogencarbonat in die wenig dissoziierte Kohlensäure, und die Natriumsalze der zu bestimmenden Anionen in deren stark leitende Mineralsäuren umwandelt. Diese stark leitenden Mineralsäuren der zu bestimmenden Anionen werden sehr empfindlich in einer Leitfähigkeitsmesszelle detektiert. Über eine Integration der Peakfläche des gemessenen Leitfähigkeitspeaks kann auf die Konzentration des jeweiligen Anions geschlossen werden. Zur genaueren Erfassung des niedrigen Messbereichs (bis 0,25 ppm Sulfat) wird das Anionen-Chromatogramm doppelt aufgenommen und mit unterschiedlichen Eichkurven für den hohen Messbereich (= quadratisch) und den niedrigen Messbereich (= linear) ausgewertet. In dem 2-Kanal-System werden An- und Kationen parallel bestimmt.

S

Störungen:

Huminstoffe können durch Adsorption auf der Anionensäule die Trenneigenschaften der Säule verändern. Weitere Störungen: siehe Gerätekurzanleitung IC2.1

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Chromatogramm mit Retentionszeiten	Weiß, J. Ionenchromatographie, VCH Verlag, 1991
Sammelanhang S17.2: Grundeichung + Geräteparameter	Gjerde, D.T.; Fritz, J.S. Ion Chromatography, 2nd Edition, Hüchtig Verlag, 1987
Gerätekurzanleitung IC2.1	

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
S	SO ₄	IC	SSO4IC2.2	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

2-Kanal-IC-Anlage Fa. Metrohm, bestehend aus:

2 IC-Pumpen 818

2 Leitfähigkeitsdetektoren 819

IC-Separation-Center 820 mit Säulenofen und Suppressor

IC-Liquid-Handling-Einheit 833

2 Pulsationsdämpfer

IC-Eluent-Degaser 837

IC-Probengeber 838

Probenröhrchen mit Durchstichdeckel

Säulen:

a. Anionen-Säule: Metrosep A Supp 5 -100 mit Vorsäule Metrosep A Supp 4/5

b. Kationen-Säule: Metrosep C3 -250 mit Vorsäule Metrosep C3 S Guard

2 Metrosep RP-Guard

Probenschleifen:

a. Anionen: 20 µl

b. Kationen: 50 µl

Software:

a. zur Anlagensteuerung: IC-Net

b. zur Chromatogrammauswertung: MagIC-Net

Chemikalien:

Natriumhydrogencarbonat, NaHCO₃

Natriumcarbonat, Na₂CO₃

Schwefelsäure, H₂SO₄ konz.

Lösungen:

Eluent-Anionen: In einem 2 l Messkolben werden 0,678 g Na₂CO₃, sowie 0,084 g Na₂HCO₃ eingewogen und mit H₂O demin. reinst auf 2 l aufgefüllt.

Suppressor-Lösung: 1 Liter H₂O demin. reinst werden mit 3 ml H₂SO₄ konz. versetzt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

1 g/l SO₄: 1 g/l Sulfat als Natriumsulfat => 1 g/l SO₄

Stammlösung I: Je 1 ml SO₄⁻, NO₃⁻, NO₂⁻, und PO₄⁻-Stammlösung und je 0,5 ml Cl⁻ und F⁻-Stammlösung werden in einen 100 ml-Messkolben mit H₂O demin. auf 100 ml aufgefüllt.

⇒ 0,01 g/l SO₄, NO₃, NO₂, PO₄, und 0,005 g/l Cl, F

Haltbarkeit:

Die Stammlösung I ist ca. 1 Monat geschlossen im Kühlschrank haltbar.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
S	SO ₄	IC	SSO4IC2.2	-	3

<u>Kontrollstandards</u>	
K1IC:	2,0 mg/l SO ₄ -S
K2IC:	0,0833 mg/l SO ₄ -S

Das Gerät wird durch eine aufwendige Grundeichung (siehe Sammelanhang S17.2) mit insgesamt 19 Standards für 2 Eichbereiche geeicht. Die Standards für den niedrigen Messbereich werden mit der Stammlösung I und für den hohen Messbereich mit den 1 g/l-Lösungen hergestellt. Diese Grundeichung wird durch die Kontrollstandards K1IC und K2IC vor jeder Messung geprüft. Bei Abweichungen von mehr als 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC) muss die Ursache für die zu hohe Abweichung gefunden und abgestellt werden, oder eine neue Grundeichung durchgeführt werden.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung IC2.1 beschrieben.

Qualitätskontrolle:

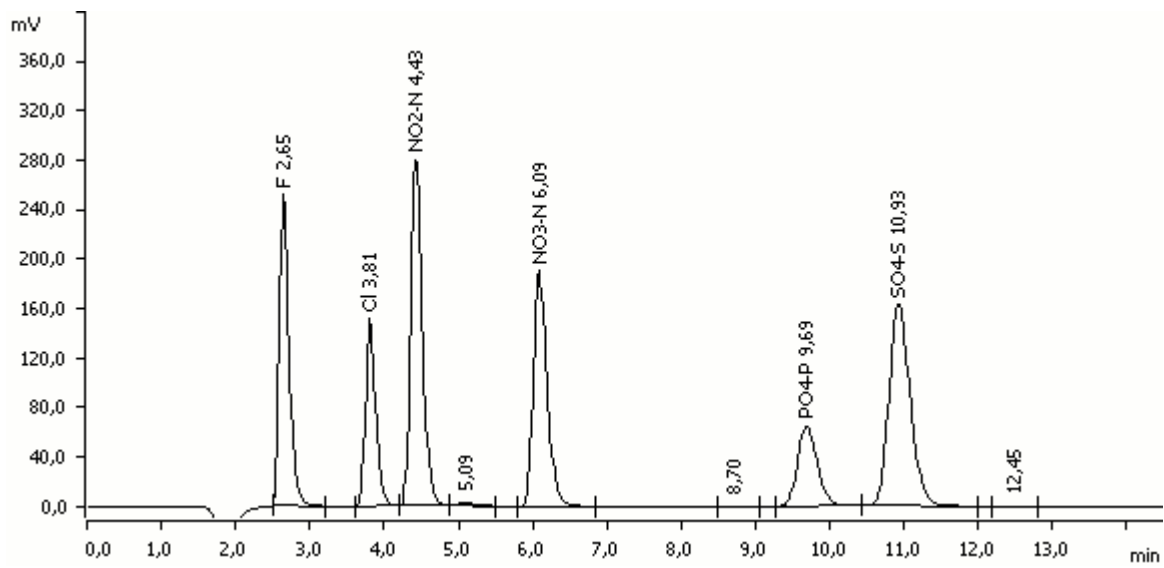
Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt1.1	K1IC (2,0 mg/l S), K2IC (0,0833 mg/l S), Messung nach der Eichung, alle 15 Proben; erlaubte Abweichung 5 % (K1IC), bzw. 10 % (K2IC).
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Alle 50 Proben wird der Standard Wasser HE1IC mitgemessen; erlaubte Abweichung 5 %.

Auswertung/Datendokumentation:

Im Anschluss an die Messung müssen alle Chromatogramme daraufhin kontrolliert werden, ob die automatische Flächenintegration richtig durchgeführt wurde. Gegebenenfalls muss eine Nachintegrationen vorgenommen werden.

Die Sulfatkonzentrationen sind in die entsprechenden Datenlisten einzutragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQs zu bearbeiten.

Chromatogramm der Anionenmessung mit Retentionszeiten:

Chromatogram des Kontrollstandards K1IC

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
SK	SK	TITRATOR	SASKTIT2.1	-	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.04.2011

S-Wert-Titration

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
AKKAS1.1			

geeignet für:

Boden	AKKAS1.1
Humus	
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	---
HFA	D76.1
HFA-Code	Untersuchungsmeth.: C1;15;-3;-3;-3; Elementbestimmungsmeth.: D;10;2;2;2;3;3

Prinzip der Methode/chem. Reaktionen:

In dieser Methode wird die Titration, der durch Extraktion einer Bodenprobe mit 0,1 M HCl gewonnenen S-Wert-Lösung, zum Endpunkt pH 5,2, beschrieben. Der NaOH-Verbrauch bis zu diesem pH-Wert wird in die Berechnung des S-Wertes (s. Untersuchungsmethode AKKAS1.1) einbezogen.

SK

Störungen: ---

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Methodenparameter Kurzanleitung TIT3.1	VEB Forstprojektierung Potsdam, Labor Eberswalde (1988): Arbeitsvorschrift zur Bestimmung der Sorptionsverhältnisse von Waldböden nach Kappen-Adrian

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
SK	SK	TITRATOR	SASKTIT2.1	-	2

Analysengeräte und Zubehör:

Titratort IM 865, Fa. Radiometer

Automatischer Probenehmer SAC90, 2 Probenteller mit je 42 Positionen

Rührer, Fa. Radiometer

Probengefäße, Gesamtvolumen 70 ml für Probenvolumen 20 ml, PE, Fa. Radiometer

Software TitraMaster 85, Version 5.1.0, Fa. Radiometer

Orion Ross-pH-Kombinationselektrode 8104 BN

Temperaturfühler T201, Fa. Radiometer

Chemikalien:

Pufferlösungen: pH 4.0, 7.0 (20°C) Fa. Merck

Pufferlösungen: pH 4.00, 7.00 (20°C) Fa. Mettler-Toledo, Einzelportionen in Beutel, zertifiziert

Aufbewahrungslösung für pH-Elektroden Fa. Metrohm

Elektrolytlösung für Ross-pH-Kombinationselektroden Fa. Orion

Natriumhydroxid: 0.1 M Titrisolampulle, Fa. Merck

Lösungen:

I 0.1 M NaOH: Die Titrisolampulle in einen 1 l-Kolben geben und mit H₂O demin. auf 1 l auffüllen.

Haltbarkeit der verschiedenen Lösungen:

Reagenz:	Haltbarkeit		Bemerkungen
	offen (am Gerät)	geschlossen (im Kühlschrank)	
I	2-3 Tage	4 Wochen	CO ₂ -Aufnahme

Eichung:

Einzelbestimmung:

<u>Eichstandards:</u> (20°C)	
Puffer	pH 7,00
Puffer	pH 4,00

<u>Kontrollstandards:</u> (20°C)	
Puffer	pH 4,00
Puffer	pH 7,00

SK

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung TIT 3.1 beschrieben.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Lapis alt	Seite
SK	SK	TITRATOR	SASKTIT2.1	-	3

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Eichkurvenkontrolle	QEK1.2	Asymmetriepotential/Nullpunkt und Steilheit /Empfindlichkeit) der Elektrode nach jeder Eichung kontrollieren. Empfindlichkeit: 90-103%, Nullpunkt 5,8-7,5
Kontrollstandard	QKSt1.1	Puffer pH 4.00, 7.00; Messung der Kontrollpuffer 7,00 und 4,00 nach der Eichung und am Ende der Messungen; erlaubte Abweichung +/- 0.02 (s.o.). Bei höherer Abweichung wird die Eichung wiederholt, dann die Messung der 2 Kontrollpuffer. Bei Messwerten der Kontrollpuffer außerhalb der Grenze +/- 0.02 werden die Proben wiederholt..
Wiederholungsmessungen	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie

Auswertung/Datendokumentation:

Daten wie in TIT3.1 beschrieben abspeichern. Datenlisten abheften.

Methodenparameter Titrator TIM 865:

KALIBRIERUNGNAOH

Application data

Application ID: KalibrierungNaOH
 Category: Kalibrierung/QC
 Creation date: 2011/3/16 15:10:13
 Compatibilities: TIM860/865
 Sequence name: TM85 Sequence

Station configuration

Stirrer speed: 450 rpm
 Sample changer: SAC 90
 2 rinses
 Rinse time 00:00:05 hh:mn:ss

Sequence

<i>Beakers</i>	<i>Method</i>	<i>Category</i>
1	08104 pHc	Electrod calibration
2	QC pH 7,00	Sample
3	QC pH 4,00	Sample
4	QC S-Wert	Sample

Electrodes**Electrode 08104 pHc**

Type: pH Combined Built-in temperature sensor: No
 Temperature type: Probe Temperature sensor: T201
 Internal pH: 6.65 pH
 Periodicity: 1 day(s)
 Number of cycles: 1

Calibration data

Stability criterion: 30 mpH/min Accept time: 01:30 mn:ss
 max stab. time: 03:00 mn:ss
 Iso pH: 6.65 pH

Standards

Standard 1: 7.00 (4-7-10)
 Standard 2: 4.00 (4-7-10)

Electrode T201

Type: Temperature sensor

Reagents**Reagent NaOH 0,1**

Unit: mol/l

Methods**Method QC pH 7,00**

method type: Direct measurement Measurement type: pH

Anhang Nr.

1

für

SK

SK

TITRATOR

SASKTIT2.1

Al
k

QC:	No		
Temperature:	T201	Number of tests:	1
Grounding:	Reference		
Auxiliary output:	No		
Parameters			
Active electrode:	08104 pH		
Stability criterion:	30 mpH/min	Acceptation:	02:30 mn:ss
Max. stab. time:	03:00 mn:ss		
Stirring:	Yes		
Result			
Unit:	pH	Digits number:	4
Global variable:	No		
Acceptance criteria:	Yes		
High temperature limit:	0 °C	Low temperature limit:	60 °C
Low result limit:	6,95 pH	High result limit:	7,05 pH
Method			
QC pH 4,00			
method type:	Direct measurement	Measurement type:	pH
QC:	No		
Temperature:	T201	Number of tests:	1
Grounding:	Reference		
Auxiliary output:	No		
Parameters			
Active electrode:	08104 pH		
Stability criterion:	30 mpH/min	Acceptation:	02:30 mn:ss
Max. stab. time:	03:00 mn:ss		
Stirring:	Yes		
Result			
Unit:	pH	Digits number:	4
Global variable:	No		
Acceptance criteria:	Yes		
High temperature limit:	0 °C	Low temperature limit:	60 °C
Low result limit:	3,95 pH	High result limit:	4,05 pH
Method			
QC S-Wert			
method type:	Titration	Measurement type:	pH
Titration type:	End Point titration		
QC:	No		
Temperature:	T201	Number of tests:	1
Grounding:	Reference		
Auxiliary output:	No		
Blank:	No		
Parameters			

Anhang Nr. **1**

für

SK	SK	TITRATOR	SASKTIT2.1
-----------	-----------	-----------------	-------------------

**AI
k**

Active electrode: 08104 pHC

Predose value: 0 ml Start timer: 00:00:10
hh:mn:ss

Maximum volume: 25 ml Direction: Increasing

Burette minimum speed: 0.02 ml/min Burette maximum speed: 2 ml/min

End point value no.1: 5,2 pH

EP delay no.1: 00:00:10 hh:mn:ss Proportional band no.1: 5 pH

Sample

Sample amount: 20 ml

Results

Result ID no.1: R1

Unit: ml Digits number: 4

Global variable: No

Acceptance criteria: No

Messmethode

KAPPEN-ADRIAN NAOH

Application data

Application ID: Kappen-Adrian NaOH

Category: Proben

Creation date: 2011/3/15 16:19:46

Compatibilities: • TIM860/865

Sequence name: TM85 Sequence

Station configuration

Stirrer speed: 450 rpm

Sample changer: SAC 90
2 rinses
Rinse time 00:00:05 hh:mn:ss

Sequence

<i>Beakers</i>	<i>Method</i>	<i>Category</i>
1	QC NaOH	Sample

Electrodes

Electrode **08104 pHC**

Type: pH Combined Built-in temperature sensor: No

Temperature type: Probe Temperature sensor: T201

Internal pH: 6.65 pH

Periodicity: 1 day(s)

Number of cycles: 1

Calibration data

Anhang Nr.

1

für

SK

SK

TITRATOR

SASKTIT2.1

Al
k

Stability criterion: 30 mpH/min Accept time: 01:30 mn:ss

max stab. time: 03:00 mn:ss

Iso pH: 6.65 pH

Standards

Standard 1: 7.00 (4-7-10)

Standard 2: 4.00 (4-7-10)

Electrode**T201**

Type: Temperature sensor

Reagents**Reagent****NaOH 0,1**

Unit: mol/l

Methods**Method****QC NaOH**

method type: Titration Measurement type: pH

Titration type: End Point titration

QC: No

Temperature: T201 Number of tests: 1

Grounding: Reference

Auxiliary output: No

Blank: No

Parameters

Active electrode: 08104 pHC

Predose value: 0 ml Start timer: 00:00:10
hh:mn:ss

Maximum volume: 25 ml Direction: Increasing

Burette minimum speed: 0.05 ml/min Burette maximum speed: 2 ml/min

End point value no.1: 5,2 pH

EP delay no.1: 00:00:10 hh:mn:ss Proportional band no.1: 2 pH

Sample

Sample amount: 20 ml

Results

Result ID no.1: R1

Unit: ml Digits number: 4

Global variable: No

Acceptance criteria: No

Anhang Nr.

1

für

SK	SK	TITRATOR	SASKTIT2.1
----	----	----------	------------

Al
k

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

TITAN

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,0006	0,002	20

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D64.1.6.1
HFA-Code	0412002

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Die Plasmabetrachtung erfolgt radial.

Ti

Störungen:

Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Ti: ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => 10 g/l Ti

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Ti-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,2 ml des 10 g/l Ti enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP19.1	3

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,05 ml des 10 g/l Ti enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 5: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 0,4 ml des 10 g/l Ti enthaltenden ICP-Konzentrates, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 5 mg/l Mn, Na und P, 10 mg/l Al, Fe, K, Mg und S, 16 mg/l Ti.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Ti auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 mg/l Ti
KW 1	0,0 mg/l Ti
KW 2	0,0 mg/l Ti
KW 3	8,0 mg/l Ti
KW 4	2,0 mg/l Ti
KW 5	16,0 mg/l Ti
KW 6	0,0 mg/l Ti
KW 7	0,0 mg/l Ti
KW 8	0,0 mg/l Ti

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	10,0 mg/l Ti

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP19.1	4

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element: Wellenlänge: Plasma- beobachtung: Messbereich [mg/l]: <u>Standards:</u>	S 337.280 radial BG – OMG Blank KW 3 KW 4 KW 5
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 16 Pixelbreite: 3 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 5 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 13 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben.
Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt.
Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974Lösung, BZE-SAC, erlaubte Abweichung 10 %

Ti

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP19.1	5

Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Ti-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Ti	Tiges	ICP(sim)	TiTigesICP19.1	6

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP19.1	1

Elementbestimmungsmethode:

Datum: 01.10.2009

Z I N K

Untersuchungsmethode	NG	BG	OMG
OAKW1.1, OAKWEG2.1	0,1	0,34	3000

geeignet für:

Boden	OAKW1.1, OAKWEG2.1
Humus	OAKW1.1
Pflanze	
Wasser	

Methodenverweise:

Norm	In Anlehnung an DIN EN ISO 11885
HFA	D73.1.6.4
HFA-Code	0422041

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 Prisma und ein Gitter spektral zerlegt, und die Intensität des Lichtes bei den elementspezifischen Wellenlängen der zu bestimmenden Elemente mit einer speziellen Digitalkamera (CID) gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten bei Probe- und Standardlösungen kann auf die Elementkonzentrationen in der Probelösung geschlossen werden. Um eine möglichst hohe Messempfindlichkeit zu erreichen, wird eine axiale Plasmabetrachtung gewählt.

Störungen:

Das Element Eisen stört durch Linienüberlagerung. Diese Störung wird durch rechnerische Interelementkorrektur auf der Basis eines ermittelten Korrekturfaktors behoben. Verschiebungen des Untergrundes durch Matrixeinflüsse werden durch Setzen von 2 Untergrundkorrekturpunkten an geeigneter Stelle (keine Störung durch Linien anderer Elemente) ausgeglichen.

<u>Anhang:</u>	<u>Lit.:</u>
Anhang 1: Linienstörungen und ihre Korrektur Sammelanhang S23.1: Geräteparameter und Standardzusammensetzung Kurzanleitung ICP4.1 Kurzanleitung ICP-DV2.1	Nölte: ICP Emissionsspektroskopie für Praktiker; Weinheim, 2002 Montaser, Golightly: Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry; Weinheim, 1987

Zn

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP19.1	2

Analysengeräte und Zubehör:

iCAP 6500 der Fa. ThermoFisher mit axialer und radialer Plasmabetrachtung (DUO-Option)
 Standard-Injektorrohr 1,5 mm, für wässrige und salpetersaure Lösungen
 Probengeber ASX-520 der Fa. Cetac
 Laminar Flow Box FBS der Fa. Spetec, für Probengeber (zur Verhinderung von Staubeintrag in die Probengefäße)
 Szintillationsgefäße, 20 ml, Fa. Sarstedt
 Rechner mit Software iTeva
 100 µl, 1000 µl und 5000 µl Varipetten, sowie 250 µl, 500 µl und 1000 µl Pipetten der Fa. Eppendorf
 250 ml und 500 ml-Messkolben aus PFA

Chemikalien:

Salzsäure (HCl), 25 %, p.a.
 Salpetersäure (HNO₃), 65 %, p.a.

Lösungen:

Spülsäure: 30 ml 65 % HNO₃ p.a. werden mit H₂O demin. auf 1 l aufgefüllt.

Eichung/Standards:

Stammlösungen:

Zn: ICP-Standard (Fa B. Kraft) => 1 g/l Zn

As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb:
 ICP-Standard (Fa B. Kraft) => jeweils 1 g/l

Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P, S, Ti:
 ICP-Konzentrat (Fa B. Kraft) => jeweils 10 g/l

Standardlösungen:

Im folgenden wird nur die Herstellung der Zn-Standardlösungen beschrieben. Die Zugaben aller anderen Elemente, die sich auch in den beschriebenen Lösungen befinden, werden im Sammelanhang S23.1 beschrieben

Standardlösung KW 1: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 100 µl des 1 g/l Zn enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 50 µg/l Cd, 100 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 400 µg/l Zn, 1 mg/l Al, 2 mg/l Fe, Mn, Na, P und S, 4 mg/l Mg, 5 mg/l K, 20 mg/l Ca.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP19.1	3

Standardlösung KW 2: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 200 ml des 1 g/l Zn enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 100 µg/l Cd, 200 µg/l Co, Cr, Cu und Ni, 800 µg/l Zn, 2000 µg/l Pb, 1 mg/l K, 2 mg/l Mg, 4 mg/l Ba, 10 mg/l Mn, Na und P, 20 mg/l Al und Fe, 50 mg/l Ca.

Standardlösung KW 3: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 300 µl des 1 g/l Zn enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 150 µg/l Cd, 300 µg/l Cr, Cu und Ni, 500 µg/l Co, 1200 µg/l Zn, 1 mg/l Ca, 3 mg/l Na, 8 mg/l Ti, 20 mg/l Mn, P und S, 40 mg/l K und Mg, 50 mg/l Al und Fe.

Standardlösung KW 4: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 400 µl des 1 g/l Zn enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 500 µg/l Cr und Ni, 1600 µg/l Zn, 1 mg/l Mn, Na und P, 2 mg/l Ti, 5 mg/l S, 20 mg/l K und Mg, 100 mg/l Al, Ca und Fe.

Standardlösung KW 6: In einen 250 ml PFA-Kolben werden 750 µl des 1 g/l Zn enthaltenden ICP-Standards, sowie die entsprechenden Mengen der anderen Elemente gegeben (siehe Sammelanhang S23.1), mit 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. versetzt und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.

=> 1000 µg/l Pb, 3000 µg/l Zn, 4 mg/l Na, 5 mg/l Fe, 10 mg/l Ca, 30 mg/l Mn, 60 mg/l Mg, 100 mg/l K, 300 mg/l Al.

Einzelbestimmung/Mehrelementbestimmung:

Es werden folgende Standardlösungen, die neben Zn auch andere Elemente enthalten (siehe Sammelanhang S23.1), verwendet:

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP19.1	4

<u>Standards</u>	
Blank	0,0 µg/l Zn
KW 1	400,0 µg/l Zn
KW 2	800,0 µg/l Zn
KW 3	1200,0 µg/l Zn
KW 4	1600,0 µg/l Zn
KW 5	0,0 µg/l Zn
KW 6	3000,0 µg/l Zn
KW 7	0,0 µg/l Zn
KW 8	0,0 µg/l Zn

<u>Kontrollstandard</u>	
K24	500,0 µg/l Zn

<u>Methode:</u>	OAKW1.1Boden OAKW1.1Humus OAKWEG2.1Boden
Element:	Zn
Wellenlänge:	213.856
Plasma- beobachtung:	axial
Messbereich	BG – OMG
[µg/l]:	
<u>Standards:</u>	Blank KW 1 KW 2 KW 3 KW 4 KW 6
<u>Bemerkungen:</u>	Fensterweite: 20 Pixelbreite: 2 Pixelhöhe: 2 <u>Untergrund- Korrektur:</u> Pos. links: 3 Pixelanzahl: 1 Pos. rechts: 17 Pixelanzahl: 1

Zur Herstellung der Blank-Lösung werden 30 ml der 25 %igen HCl p.a. und 10 ml der 65 %igen HNO₃ p.a. in einen 250 ml PFA-Kolben gegeben und mit H₂O bidemin. aufgefüllt.
Die Säurematrix des Kontrollstandards wird den Standardlösungen angepasst.

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
Zn	Znges	ICP(sim)	ZnZngesICP19.1	5

Durchführung:

Die Durchführung der Messung erfolgt wie in der Gerätekurzanleitung ICP4.1 beschrieben. Die Geräteparameter werden am ICP-Gerät durch Eingabe des jeweiligen Methodennamens mit der höchsten Revisions-Nummer aufgerufen. Sie sind im Sammelanhang S23.1 zusammengestellt. Als Probengefäße werden säuregespülte Szintillationsgefäße (20 ml, Fa. Sarstedt) verwendet.

Qualitätskontrolle:

Es werden die nachfolgend aufgelisteten Qualitätskontrollen (siehe Methodenbeschreibungen) durchgeführt (spezielle Hinweise unter "Durchführung"):

Qualitätskontrolle	Methode	Durchführung
Kontrollstandard	QKSt.1.1	K24; Messung nach der Eichung, alle 15 Proben und nach jeder Eichungswiederholung; erlaubte Abweichung 3 %
Wiederholungsmessung	QWM1.2	Ca. 5 % aller Proben; mindestens 3 Proben pro Serie
Standardmaterial	QStM1.1	Für Standards ISE974, ISE974 Lösung, BZE-SAC, NFVH; erlaubte Abweichung 10 %

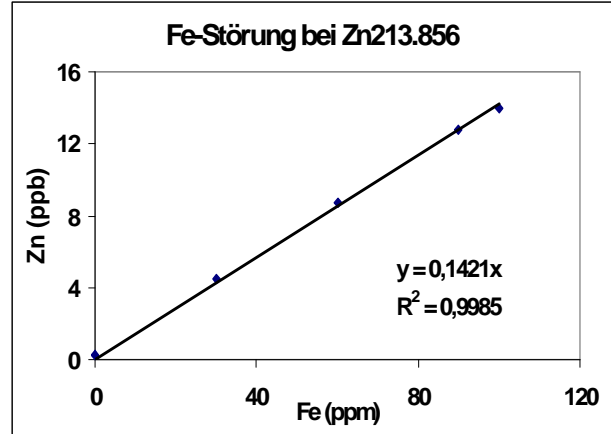
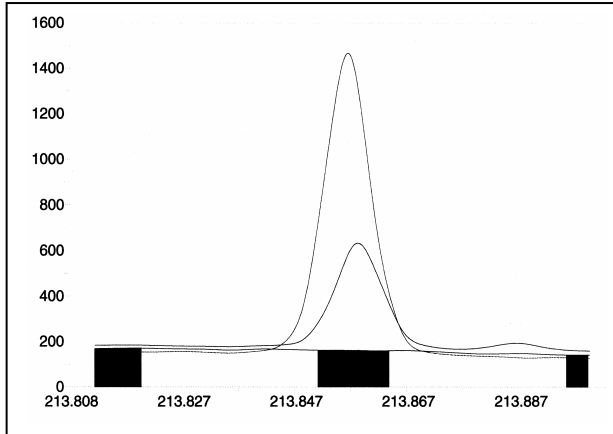
Auswertung/Datendokumentation:

Die gemessenen Zn-Konzentrationen werden in die entsprechenden Datenblätter eingetragen, bzw. mit dem Datenverarbeitungs- und Übertragungsprogramm RELAQS (siehe Kurzanleitung ICP-DV2.1) bearbeitet.

Linienstörungen und ihre Korrektur:

Fe (150 ppm) Störung bei Zn213.856 (50 ppb)

IEC-Faktorermittlung (Faktor = 0,1421)



Der Interelementkorrekturfaktor muss in regelmäßigen Abständen angepasst werden.

**SAMMELANHÄNGE
ELEMENTBESTIMMUNGSMETHODEN**

für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.2	1
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

Datum: 1.8.2009

Grundeichung und Geräteparameter für IC Metrohm für die Methode ANULLIC

a. Verwendete Standards:

In den nachfolgenden Tabellen ist angegeben, wie viel mg/l des jeweiligen Anions oder Kations, bzw. wie viel ppb des jeweiligen Elements sich in den Standards für die Grundeichung befinden. Für Anionen und Kationen werden jeweils getrennte Standards angesetzt.

Std.-Nr	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element
1	F 0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
	Cl 0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
	NO ₂ 0,01	3,04	0,02	6,08	0,04	12,16	0,08	24,32	0,12	36,47
	NO ₃ 0,01	2,26	0,02	4,51	0,04	9,03	0,08	18,06	0,12	27,09
	PO ₄ 0,01	3,26	0,02	6,51	0,04	13,03	0,08	26,06	0,12	39,09
	SO ₄ 0,01	3,33	0,02	6,67	0,04	13,33	0,08	26,67	0,12	40,00
	Na 0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
	NH ₄ 0,005	3,89	0,01	7,78	0,02	15,55	0,04	31,10	0,06	46,66
	K 0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
	Mg 0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
	Ca 0,005	5,00	0,01	10,00	0,02	20,00	0,04	40,00	0,06	60,00
6	F 0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Cl 0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	NO ₂ 0,16	48,63	0,25	75,99	0,30	91,19	0,40	121,58	0,50	151,98
	NO ₃ 0,16	36,12	0,25	56,43	0,30	67,72	0,40	90,29	0,50	112,87
	PO ₄ 0,16	52,12	0,25	81,43	0,30	97,72	0,40	130,29	0,50	162,87
	SO ₄ 0,16	53,33	0,25	83,33	0,30	100,00	0,40	133,33	0,50	166,67
	Na 0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	NH ₄ 0,08	62,21	0,10	77,76	0,15	116,64	0,20	155,52	0,25	194,40
	K 0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Mg 0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Ca 0,08	80,00	0,10	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
7	F 0,15	100,00	0,15	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Cl 0,15	100,00	0,15	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	NO ₂ 0,30	75,99	0,30	75,99	0,30	91,19	0,40	121,58	0,50	151,98
	NO ₃ 0,30	56,43	0,30	56,43	0,30	67,72	0,40	90,29	0,50	112,87
	PO ₄ 0,30	81,43	0,30	81,43	0,30	97,72	0,40	130,29	0,50	162,87
	SO ₄ 0,30	83,33	0,30	83,33	0,30	100,00	0,40	133,33	0,50	166,67
	Na 0,15	100,00	0,15	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	NH ₄ 0,15	77,76	0,15	77,76	0,15	116,64	0,20	155,52	0,25	194,40
	K 0,15	100,00	0,15	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Mg 0,15	100,00	0,15	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Ca 0,15	100,00	0,15	100,00	0,15	150,00	0,20	200,00	0,25	250,00
8	F 0,20	150,00	0,20	150,00	0,20	200,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Cl 0,20	150,00	0,20	150,00	0,20	200,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	NO ₂ 0,40	121,58	0,40	121,58	0,40	151,98	0,50	182,37	0,60	222,76
	NO ₃ 0,40	90,29	0,40	90,29	0,40	112,87	0,50	140,34	0,60	176,31
	PO ₄ 0,40	130,29	0,40	130,29	0,40	162,87	0,50	203,58	0,60	263,64
	SO ₄ 0,40	133,33	0,40	133,33	0,40	166,67	0,50	208,33	0,60	277,78
	Na 0,20	150,00	0,20	150,00	0,20	200,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	NH ₄ 0,20	116,64	0,20	116,64	0,20	155,52	0,20	155,52	0,25	194,40
	K 0,20	150,00	0,20	150,00	0,20	200,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Mg 0,20	150,00	0,20	150,00	0,20	200,00	0,20	200,00	0,25	250,00
	Ca 0,20	150,00	0,20	150,00	0,20	200,00	0,20	200,00	0,25	250,00
9	F 0,25	200,00	0,25	200,00	0,25	250,00	0,25	250,00	0,30	300,00
	Cl 0,25	200,00	0,25	200,00	0,25	250,00	0,25	250,00	0,30	300,00
	NO ₂ 0,50	151,98	0,50	151,98	0,50	182,37	0,60	222,76	0,75	273,15
	NO ₃ 0,50	112,87	0,50	112,87	0,50	140,34	0,60	176,31	0,75	225,00
	PO ₄ 0,50	162,87	0,50	162,87	0,50	203,58	0,60	263,64	0,75	335,03
	SO ₄ 0,50	166,67	0,50	166,67	0,50	208,33	0,60	277,78	0,75	333,33
	Na 0,25	200,00	0,25	200,00	0,25	250,00	0,25	250,00	0,30	300,00
	NH ₄ 0,25	155,52	0,25	155,52	0,25	194,40	0,25	194,40	0,30	245,90
	K 0,25	200,00	0,25	200,00	0,25	250,00	0,25	250,00	0,30	300,00
	Mg 0,25	200,00	0,25	200,00	0,25	250,00	0,25	250,00	0,30	300,00
	Ca 0,25	200,00	0,25	200,00	0,25	250,00	0,25	250,00	0,30	300,00
10	F 0,50	400,00	0,50	400,00	0,50	500,00	0,50	500,00	0,60	600,00
	Cl 0,50	400,00	0,50	400,00	0,50	500,00	0,50	500,00	0,60	600,00
	NO ₂ 1,00	364,7	1,00	364,7	1,00	455,9	1,00	569,8	1,20	709,8
	NO ₃ 1,00	270,9	1,00	270,9	1,00	338,6	1,00	423,3	1,20	529,9
	PO ₄ 1,00	390,9	1,00	390,9	1,00	488,6	1,00	610,7	1,20	763,3
	SO ₄ 1,00	400,0	1,00	400,0	1,00	500,0	1,00	625,0	1,20	777,8
	Na 0,50	400,0	0,50	400,0	0,50	500,0	0,50	500,0	0,60	600,0
	NH ₄ 0,50	311,0	0,50	311,0	0,50	388,8	0,50	486,0	0,60	600,0
	K 0,50	400,0	0,50	400,0	0,50	500,0	0,50	500,0	0,60	600,0
	Mg 0,50	400,0	0,50	400,0	0,50	500,0	0,50	500,0	0,60	600,0
	Ca 0,50	400,0	0,50	400,0	0,50	500,0	0,50	500,0	0,60	600,0

Sammelanhang
S17.2

für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	2
	A	Ax		AAXIC2.2	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

Die Standards 1-10 werden aus der Stammlösung I (Anionen), bzw. Stammlösung II (Kationen) angesetzt, die Standards 11-19 aus den 1 g/l-Stammlösungen der Ionen. Die Herstellung der Stammlösungen für die Standardherstellung sind in der jeweiligen Methode angegeben. Es müssen für die Standards 1-10 bei den Kationen säuregespülte PFA-Kolben verwendet werden. Alle übrigen Standards werden in Glaskolben angesetzt. Für Kationen muss mit HNO₃ vorgespült werden, für Anionen mit demin. Wasser.

Std.-Nr	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element
F	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00
Cl	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00
NO ₂	0,50	151,98	1,00	303,95	2,00	607,90	5,00	1519,76
NO ₃	0,50	112,87	1,00	225,73	2,00	451,47	5,00	1128,67
PO ₄	0,50	162,87	1,00	325,73	2,00	651,47	5,00	1628,66
SO ₄	0,50	166,67	1,00	333,33	2,00	666,67	5,00	1666,67
Na	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00
NH ₄	0,25	194,40	0,50	388,80	1,00	777,60	2,50	1944,01
K	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00
Mg	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00
Ca	0,25	250,00	0,50	500,00	1,00	1000,00	2,50	2500,00
Std.-Nr	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element	mg/l Ion	ppb Element
F	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35
Cl	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35
NO ₂	15,00	4559,27	20,00	6079,03	30,00	9118,55	50,00	14237,10
NO ₃	15,00	3386,00	20,00	4514,67	30,00	6772,01	50,00	11286,68
PO ₄	15,00	4885,99	20,00	6666,67	30,00	9999,99	50,00	14852,98
SO ₄	15,00	5000,00	20,00	6666,67	30,00	9999,99	50,00	14852,98
Na	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35
NH ₄	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35
K	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35
Mg	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35
Ca	7,50	7500,00	10,00	10000,00	15,00	15000,00	40,00	9029,35

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	IC	MMgesIC2.1	3
A	Ax		AAXIC2.2	

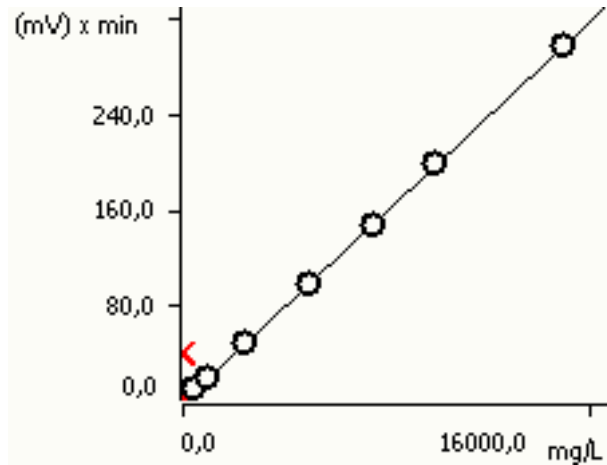
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH₄
AAXIC2.2 = NO₂, NO₃, PO₄, SO₄, Cl, F

b. Eichkurven:

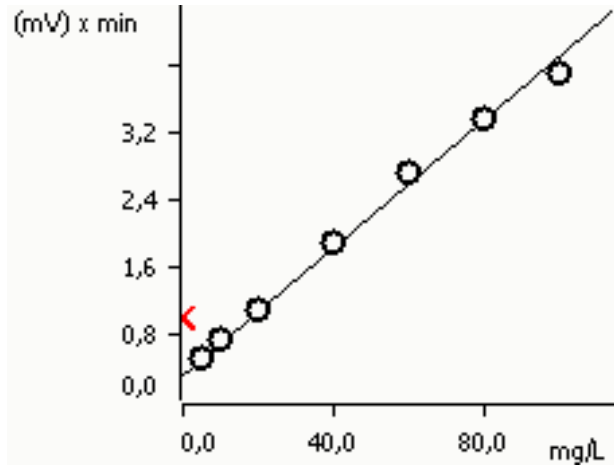
Dargestellt sind jeweils die Eichkurvenverläufe der hohen Eichung und des unteren Teils der tiefen Eichung. Die Art der Eichkurvenauswertung (linear, quadratisch, durch den Nullpunkt) ist in der Methodendokumentation (siehe c.) angegeben.

Achtung! In allen Graphiken ist die Einheit (mg/l) falsch ! Es muss µg/l heißen!

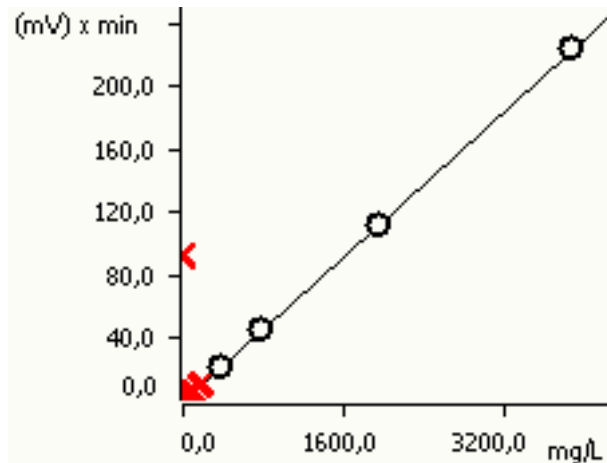
K hoch



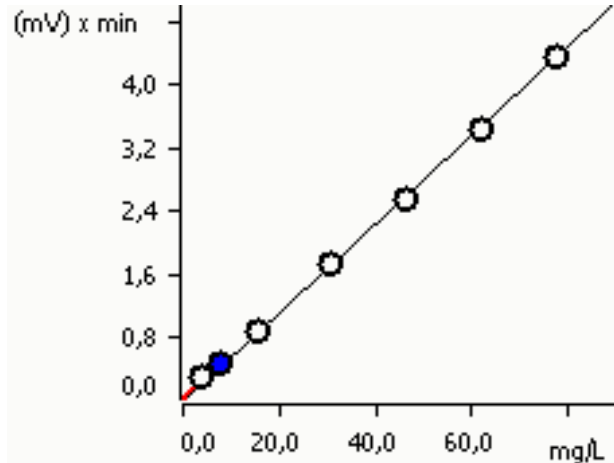
K tief



NH4 hoch



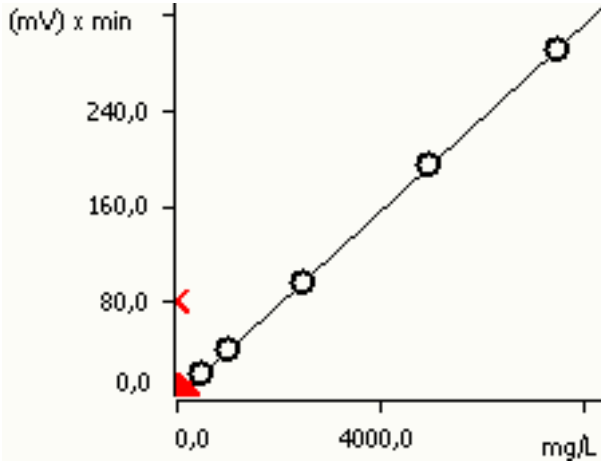
NH4 tief



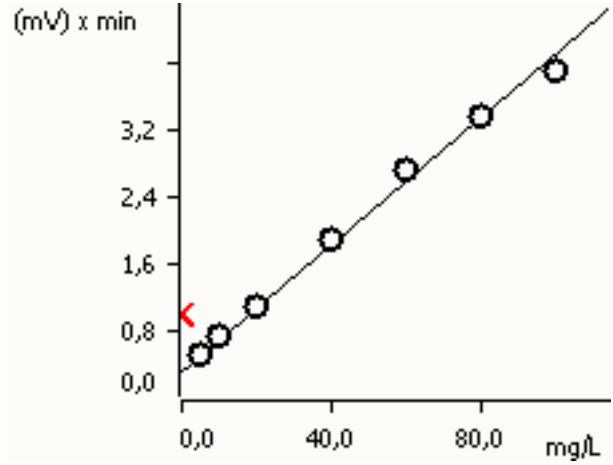
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH₄

AAXIC2.2 = NO₂, NO₃, PO₄, SO₄, Cl, F

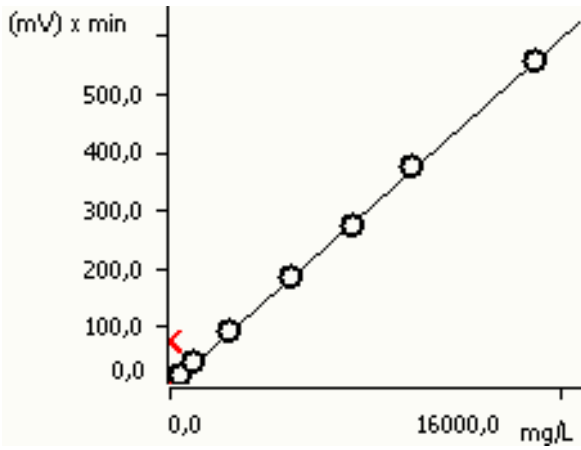
Na hoch



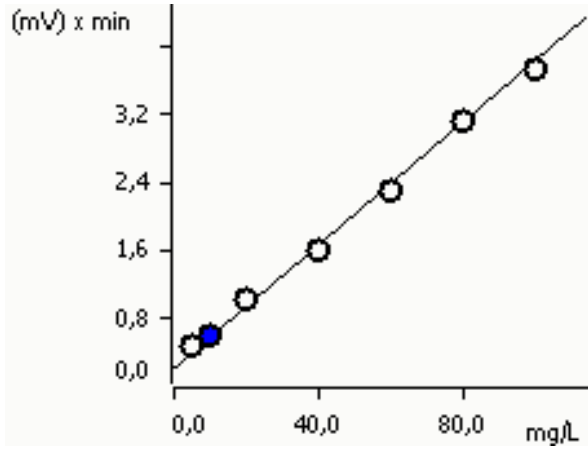
Na tief



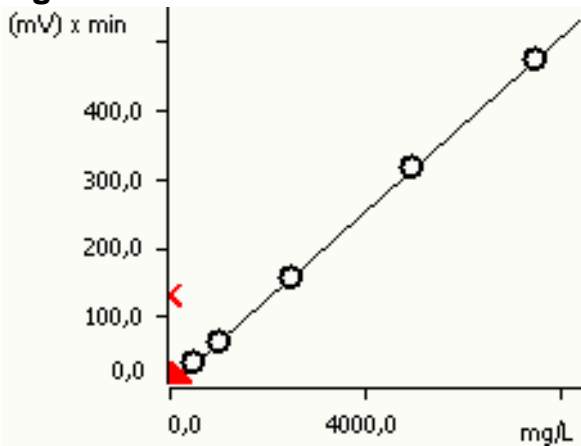
Ca hoch



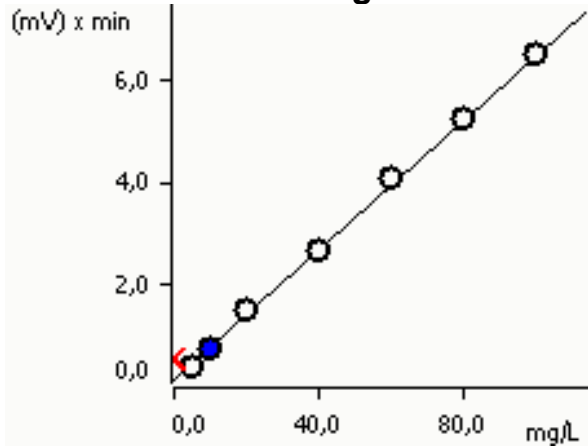
Ca tief



Mg hoch



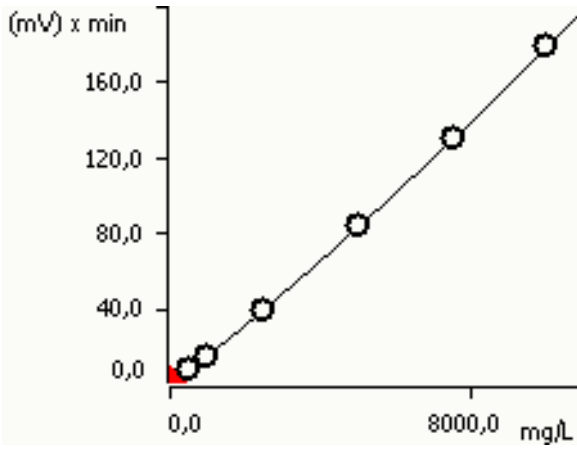
Mg tief



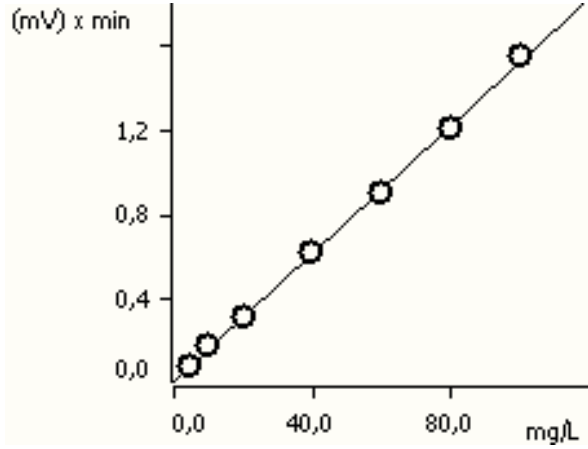
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH₄

AAXIC2.2 = NO₂, NO₃, PO₄, SO₄, Cl, F

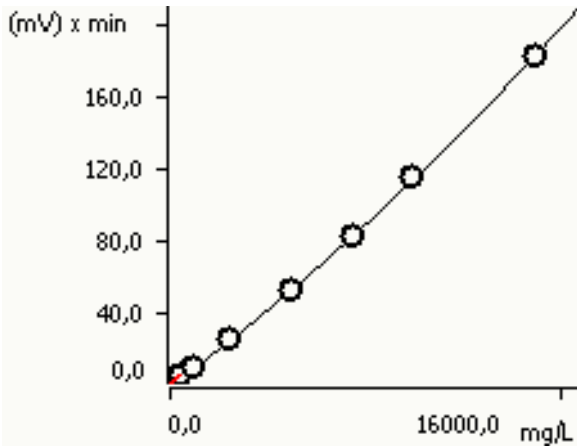
F hoch



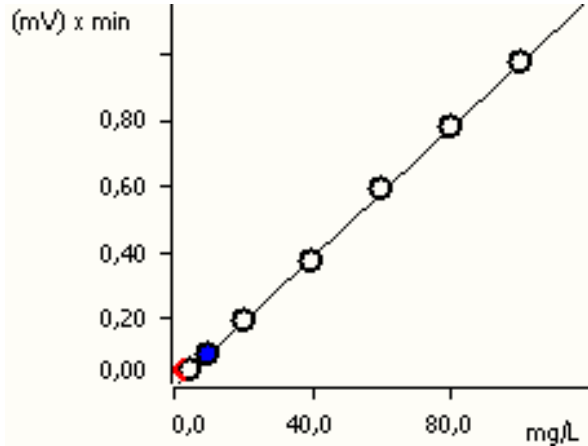
F tief



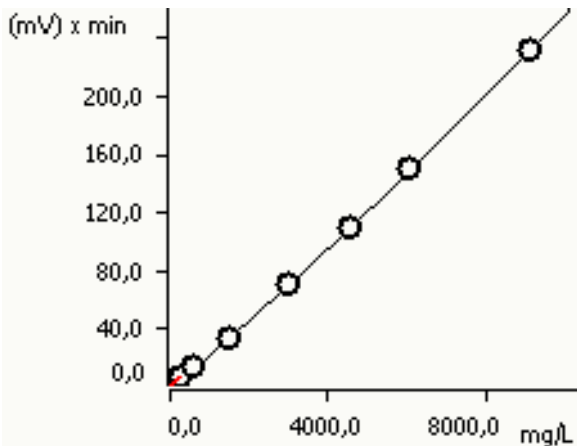
Cl hoch



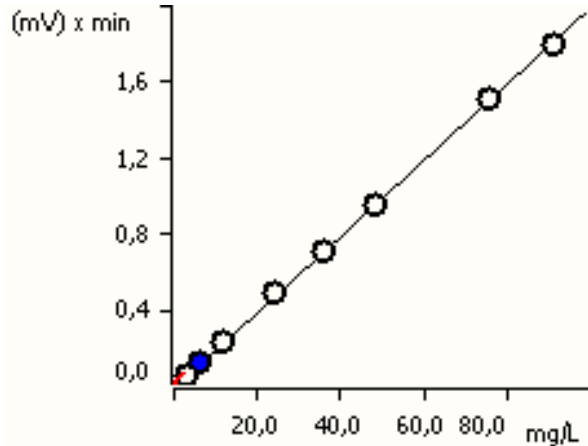
Cl tief



NO2 hoch



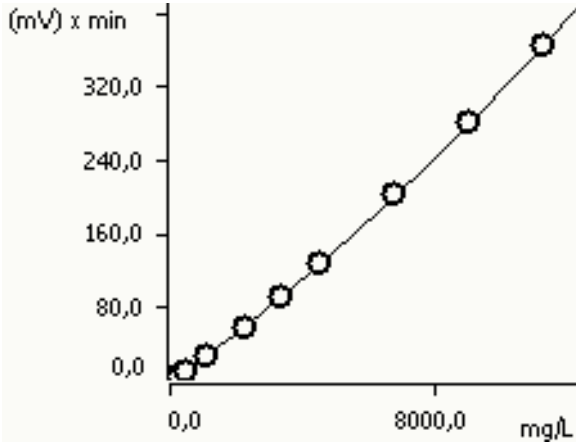
NO2 tief



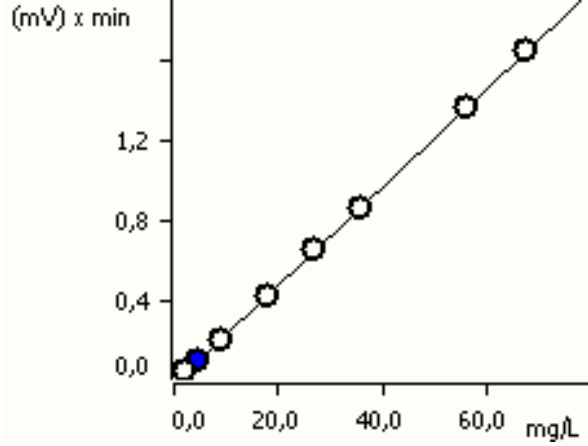
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH₄

AAXIC2.2 = NO₂, NO₃, PO₄, SO₄, Cl, F

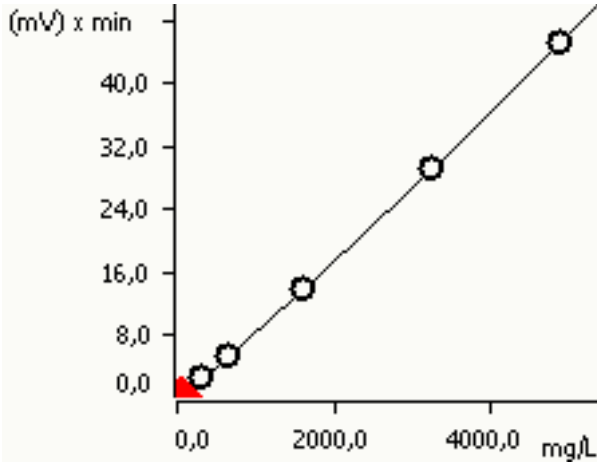
NO3 hoch



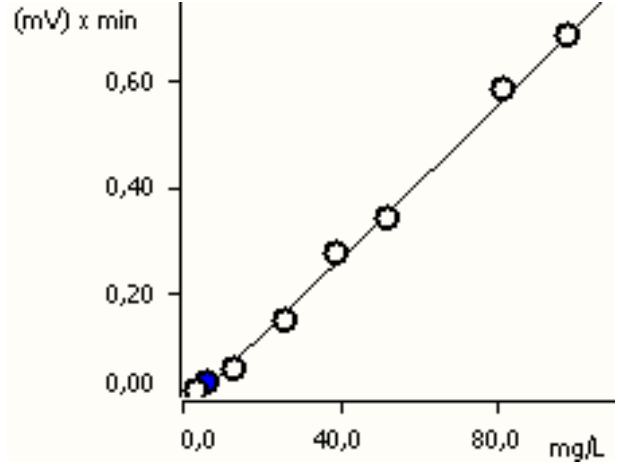
NO3 tief



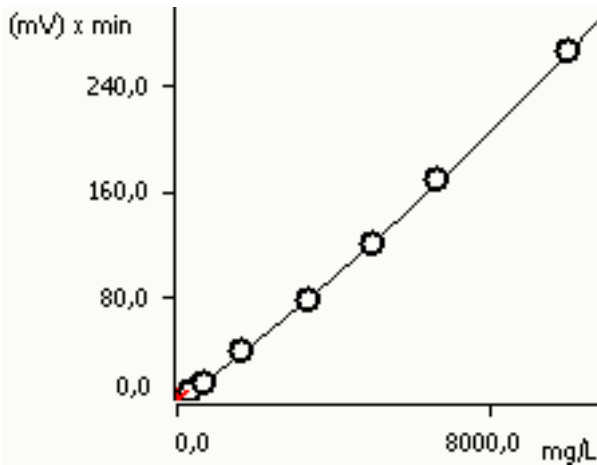
PO4 hoch



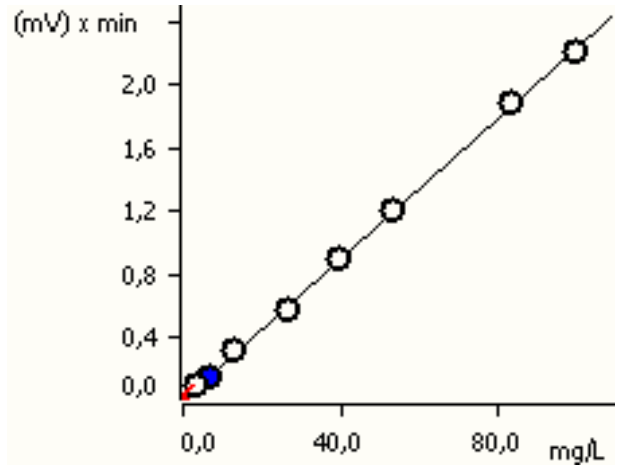
PO4 tief



SO4hoch



SO4tief



Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	für	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	7
		A	Ax		AAXIC2.2	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄						
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

b. Methodenparameter

Im Folgenden ist vollständige Methodendokumentation des Gerätes mit allen Methodenparametern abgebildet:

Methodenparameter

Methodenname	Methode An Kat1
Speicherdatum	Methode 2008-09-08 15:51:17 UTC+2
Methodenversion	12
Methodengruppe	Main group
Methodenstatus	original
Methode gespeichert von	labor

Startparameter

Anionen hoch

Hardware assignment	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Anionen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Data acquisition	
Aufnahmedauer	14,5 min

771_Anionen

Gerätetyp	771 IC Interface
Kanal 1	
Warngrenze	2499 mV
Kanal 2	
Warngrenze	2499 mV

771_Kationen

Gerätetyp	771 IC Interface
Kanal 1	
Warngrenze	2499 mV
Kanal 2	
Warngrenze	2499 mV

Kationen hoch

Hardwarezuordnung	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Kationen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Datenaufnahme	
Aufnahmedauer	14,5 min

Anionen tief

Hardwarezuordnung	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Anionen)
Kanal	Analogsignal

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	8
für	A	Ax		AAXIC2.2	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Datenaufnahme	
Aufnahmedauer	14,5 min
Kationen tief	
Hardwarezuordnung	
Datenquelle	Kanal 1 (771_Kationen)
Kanal	Analogsignal
Injektionsventil	nicht definiert
Säule	nicht definiert
Pumpe	nicht definiert
Datenaufnahme	
Aufnahmedauer	14,5 min

Zeitprogramm

Hauptprogramm

Zeit	Gerät Modul	Befehl Parameter	Kommentar	Nr.
		Sequenz PROBE		8
		Sequenz AN_KAT_CAL		1
	771_Anionen Kanal 1	Warten auf Injektion IC Net		3
0,0	Anionen tief	Start Datenaufnahme		2
0,0	Anionen hoch	Start Datenaufnahme		4
	771_Kationen Kanal 1	Warten auf Injektion IC Net		5
0,0	Kationen tief	Start Datenaufnahme		9
0,0	Kationen hoch	Start Datenaufnahme		6
		Warten auf IC Net		7

PROBE

Zeit	Gerät Modul	Befehl Parameter	Kommentar	Nr.
		Start IC Net		11
		C:\Programme\Metrohm\IC Net 2.3\IC Net\System\IC\PROBE.smt		

AN_KAT_CAL

Zeit	Gerät Modul	Befehl Parameter	Kommentar	Nr.
		Start IC Net		17
		C:\Programme\Metrohm\IC Net 2.3\IC Net\System\IC\STANDARD.smt		

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	9
	A	Ax		AAXIC2.2	
für					
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

Integration

Anionen hoch

Empfindlichkeit	50
Glättung	30
Minimale Höhe	0,01 mV
Minimale Fläche	0,001 (mV) x min
Integrationsstart	2,5 min
Polarität	+
Negative Peaks	aus
Driftkompensation	aus
Overflow ignorieren	aus
Blindprobe subtrahieren	aus
Savitzky-Golay	aus
Ereignisse aktivieren	aus

Ereignisse

Start [min]	Ende [min]	Ereignis	Parameter
2	2,8	Glättung	1
3,5	5,8	gemeinsame Basislinie	
5,8	14,5	Tal-Tal	

Kationen hoch

Empfindlichkeit	50
Glättung	10
Minimale Höhe	0,005 mV
Minimale Fläche	0,0005 (mV) x min
Integrationsstart	3,5 min
Polarität	+
Negative Peaks	aus
Driftkompensation	aus
Overflow ignorieren	aus
Blindprobe subtrahieren	aus
Savitzky-Golay	aus
Ereignisse aktivieren	aus

Ereignisse

Start [min]	Ende [min]	Ereignis	Parameter
4	5,5	Gemeinsame Basislinie	
5,5	13	Tal-Tal	
6,0	14,5	Minimale Fläche	0,02

Anionen tief

Empfindlichkeit	100
Glättung	5
Minimale Höhe	0,01 mV
Minimale Fläche	0,001 (mV) x min
Integrationsstart	2,5 min

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	für	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	10
		A	Ax		AAXIC2.2	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄						
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Polarität +
 Negative Peaks aus
 Driftkompensation aus
 Overflow ignorieren aus
 Blindprobe subtrahieren aus
 Savitzky-Golay aus
 Ereignisse aktivieren aus

Ereignisse

Start [min]	Ende [min]	Ereignis	Parameter
2	3	Glättung	2
3,5	14,5	Tal-Tal	
8,5	14,5	Glättung	20

Kationen tief

Empfindlichkeit 50
 Glättung 7
 Minimale Höhe 0,005 mV
 Minimale Fläche 0,0005 (mV) x min
 Integrationsstart 3,5 min
 Polarität +
 Negative Peaks aus
 Driftkompensation aus
 Overflow ignorieren aus
 Blindprobe subtrahieren aus
 Savitzky-Golay aus
 Ereignisse aktivieren aus

Ereignisse

Start [min]	Ende [min]	Ereignis	Parameter
3,8	14,5	Tal-Tal	
6,0	14,5	Minimale Höhe	0,1
6	14,5	Minimale Fläche	0,01
7	14,5	Glättung	20

Komponenten

Anionen hoch

Name	Zeit [min]	Fenster [%]	Referenz
F	2,648	5,0	keine
Cl	3,882	5,0	keine
NO2-N	4,442	5,0	keine
NO3-N	6,122	5,0	keine
PO4-P	9,720	5,0	keine
SO4-S	11,03	5,0	keine

Sammelanhang S17.2	für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
		M	Mges	IC	MMgesIC2.1	12
		A	Ax		AAXIC2.2	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄						
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Standards

Konzentrationseinheit

mg/L (= Eingabe, real jedoch µg/l!)

Name	1	2	3	4	5	6	7	8	9
F	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
Cl	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
NO ₂ -N	3,04	6,08	12,16	24,32	36,47	48,63	75,99	91,19	121,58
NO ₃ -N	2,26	4,51	9,03	18,06	27,09	36,12	56,43	67,72	90,29
PO ₄ -P	3,26	6,51	13,03	26,06	39,09	52,12	81,43	97,72	130,29
SO ₄ -S	3,33	6,67	13,33	26,67	40,00	53,33	83,33	100,00	133,33
Na	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
NH ₄ -N	3,89	7,78	15,55	31,10	46,66	62,21	77,76	116,64	155,52
K	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
Mg	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00
Ca	5,00	10,00	20,00	40,00	60,00	80,00	100,00	150,00	200,00

Checkstandards

Name	1	2
F	2000	100
Cl	2000	100
NO ₂ -N	1824	75,99
NO ₃ -N	1354	56,43
PO ₄ -P	1954	81,43
SO ₄ -S	2000	83,33
Na	2000	100
NH ₄ -N	1555	77,76
K	2000	100
Mg	2000	100
Ca	2000	100

Kalibrierung

Anionen hoch

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
F	Fläche	Quadratisch	1
Cl	Fläche	Quadratisch	1
NO ₂ -N	Fläche	Quadratisch	1
NO ₃ -N	Fläche	Quadratisch	1
PO ₄ -P	Fläche	Quadratisch	1
SO ₄ -S	Fläche	Quadratisch	1

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	für	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	13
		A	Ax		AAXIC2.2	
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄						
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Kationen hoch

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
Na	Fläche	Linear durch 0	1
NH ₄ -N	Fläche	Linear	1
K	Fläche	Linear durch 0	1
Mg	Fläche	Linear durch 0	1
Ca	Fläche	Linear durch 0	1

Anionen tief

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
F	Fläche	Linear	1
Cl	Fläche	Linear	1
NO ₂ -N	Fläche	Linear	1
NO ₃ -N	Fläche	Linear	1
PO ₄ -P	Fläche	Quadratisch	1
SO ₄ -S	Fläche	inear	1

Kationen tief

Komponente	Messgrösse	Kurventyp	Gewichtung
Na	Fläche	Linear	1
NH ₄ -N	Fläche	Linear	1
K	Fläche	Linear	1
Mg	Fläche	Linear	1
Ca	Fläche	Linear	1

Eigenschaften Kalibrierung

Kalibriermethode	Externer Standard
Kalibriermodus	Ersetzen
Funktionstyp	Messgrösse = f (Konzentration)
Punkt im Ursprung zur Kalibrierkurve	aus
Blindwertkorrektur für Inline-Kalibrierung	aus

Überwachung

Gültigkeit der Kalibrierung	
Unbegrenzt	ein
Gleicher Tag	aus
Tage	aus
Meldung	
Meldung per E-Mail	aus
Akustisches Signal	aus
Aktion	
Meldung dokumentieren	ein
Meldung anzeigen	aus
Bestimmung abbrechen	aus

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	14
	A	Ax		AAXIC2.2	
für					
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

Resultatdefinitionen

Report

Result

Drucker	aus
Name	Standarddrucker
PDF-Datei	aus
Dateiname	
E-Mail senden	aus
E-Mailvorlage	

Pharmacopöe

Pharmacopöe	USP
-------------	-----

Dezimalstellen der Resultate

Retentionszeit	2	Halbwertsbreite	2
Höhe	3	Höhenanteil	3
Fläche	3	Flächenanteil	3
Kapazitätsfaktor	3	Auflösung	3
Trennstufenzahl	0	Trennstufenzahl pro Meter	0
Gaussfaktor	3	Asymmetrie	3
Konzentration	3	Konzentrationsanteil	3
Standardkonzentration	3	Peakstart	2
Peakende	2	a(0,044)	2
b(0,044)	2	a(0,05)	2
b(0,05)	2	a(0,10)	2
b(0,10)	2	a(0,134)	2
b(0,134)	2	a(0,324)	2
b(0,324)	2	a(0,50)	2
b(0,50)	2	a(0,61)	2
b(0,61)	2	Basisbreite	2
Hva	2	Hvb	2
P/T-Verhältnis A	2	P/T-Verhältnis B	2
k(0)	6	k(1)	6
k(2)	6	k(3)	6
Korrelationskoeffizient	6	Prozentuale Standardabweichung	3
Mittelwert X	3	Mittelwert Y	3
Standardabweichung X	3	Reststandardabweichung Y	3
Wiederfindungsrate	3	Wiederfindungsrate (Aufstockung)	3

Datenbank

eichung 6-2008

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	für	M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.2	15
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄ AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F						

Überwachung

RS.FFIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Fluorid im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.CICIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Chlorid im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.NaNaIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Natrium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.KKIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Kalium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.CaCaIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Calcium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.MgMgIC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 * 0,1/100;0))
Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100;
Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 * 0,1/100;0))
Einheit mg/L
Meldung Magnesium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	für	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	16
		A	Ax		AAXIC2.2	
		MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄				
		AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F				

RS.NNO2IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,824 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0, 07599/100;0))

Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,824 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0, 07599/100;0))

Einheit mg/L

Meldung Nitrit im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.NNO3IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,354 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0, 05643/100;0))

Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,354 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0, 05643/100;0))

Einheit mg/L

Meldung Nitrat im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.SSO4IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 2/100; Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0,08333/100; 0))

Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 2/100; Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0, 08333/100;0))

Einheit mg/L

Meldung Sulfat im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.PPO4IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,954 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0, 08143/100;0))

Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,954 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0, 08143/100;0))

Einheit mg/L

Meldung Phosphat im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

RS.NNH4IC2-1

Untere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;95 * 1,555 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;90 *0, 07776/100;0))

Obere Grenze =Case('SD.TYPEVALUE' = 1;105 * 1,555 /100;Case('SD.TYPEVALUE' =2;110 *0, 07776/100;0))

Einheit mg/L

Meldung Ammonium im Kontrollstandard außerhalb der vorgegebenen Grenzen!

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	17
	A	Ax		AAXIC2.2	
für					
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

Benutzerdefinierte Resultate

FFIC2-1

Resultattyp

Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.F.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze F' ;
'RS.Anions hoch.F.CONC' ; case(error('RS.Anionen tief.F.CONC')
=0;'RS.Anionen tief.F.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit

mg/L

Dezimalstellen

3

Beschreibung

CICIC2-1

Resultattyp

Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.Cl.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Cl' ;
'RS.Anions hoch.Cl.CONC' ; case(error('RS.Anionen tief.Cl.CONC')
=0;'RS.Anionen tief.Cl.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit

mg/L

Dezimalstellen

3

Beschreibung

NNO2IC2-1

Resultattyp

Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.NO2-N.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
NO2-N' ; 'RS.Anions hoch.NO2-N.CONC' ; case(error('RS.Anionen
tief.NO2-N.CONC')=0;'RS.Anionen tief.NO2-N.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit

mg/L

Dezimalstellen

3

Beschreibung

NNO3IC2-1

Resultattyp

Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.NO3-N.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
NO3-N' ; 'RS.Anions hoch.NO3-N.CONC' ; case(Error('RS.Anionen
tief.NO3-N.CONC')=0;'RS.Anionen tief.NO3-N.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit

mg/L

Dezimalstellen

3

Beschreibung

SSO4IC2-1

Resultattyp

Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Anions hoch.SO4-S.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze
SO4-S' ; 'RS.Anions hoch.SO4-S.CONC' ; case(error('RS.Anionen
tief.SO4-S.CONC')=0;'RS.Anionen tief.SO4-S.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit

mg/L

Dezimalstellen

3

Beschreibung

Sammelanhang
S17.2

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M A	Mges Ax	IC	MMgesIC2.1 AAXIC2.2	18
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄ AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F				

PPO4IC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat
= Case('RS.Anionen hoch.PO4-P.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze PO4-P' ; 'RS.Anionen hoch.PO4-P.CONC' ; case(error('RS.Anionen tief.PO4-P.CONC')=0;'RS.Anionen tief.PO4-P.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

NaNalC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat
= Case('RS.Kationen hoch.Na.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Na' ; 'RS.Kationen hoch.Na.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.Na.CONC')=0;'RS.Kationen tief.Na.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

NNH4IC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat
= Case('RS.Kationen hoch.NH4-N.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze NH4-N' ; 'RS.Kationen hoch.NH4-N.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.NH4-N.CONC')=0;'RS.Kationen tief.NH4-N.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

KKIC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat
= Case('RS.Kationen hoch.K.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze K' ; 'RS.Kationen hoch.K.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.K.CONC')=0;'RS.Kationen tief.K.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

CaCaIC2-1
Resultattyp
Formel

Einzelresultat
= Case('RS.Kationen hoch.Ca.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Ca' ; 'RS.Kationen hoch.Ca.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.Ca.CONC')=0;'RS.Kationen tief.Ca.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit
Dezimalstellen
Beschreibung

mg/L
3

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S17.2	M	Mges	IC	MMgesIC2.1	19
	A	Ax		AAXIC2.2	
für					
MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH ₄					
AAXIC2.2 = NO ₂ , NO ₃ , PO ₄ , SO ₄ , Cl, F					

MgMgIC2-1

Resultattyp

Formel

Einzelresultat

= Case('RS.Kationen hoch.Mg.CONC' >= 'CV.Wechselgrenze Mg' ; 'RS.Kationen hoch.Mg.CONC' ; case(error('RS.Kationen tief.Mg.CONC')=0;'RS.Kationen tief.Mg.CONC';"0";"0") ;0)

Einheit

mg/L

Dezimalstellen

3

Beschreibung

Methodeneigenschaften

Probedaten

Name	Fixwert	Untere Grenze	Obere Grenze
Ident			
Probentyp			
Position			
Injektionen	1		
Volumen	20		
Verdünnung	1		
Probenmenge			
Info 1			

Unterschriftenliste Methode

Sammelanhang**S17.2**

für

Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
M	Mges	IC	MMgesIC2.1	20
A	Ax		AAXIC2.2	

MMgesIC2.1 = Ca, K, Mg, Na, NH₄
AAXIC2.2 = NO₂, NO₃, PO₄, SO₄, Cl, F

Sammelanhang	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S23.1	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP19.1	1
für					
MMgesICP19.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn					

Datum: 01. 10. 2009

Geräteparameter für ICP iCAP 6500 (Thermo Fisher) für die Methoden OAKW1.1Boden, OAKW1.1Humus, OAKWEG2.1Boden

ANALYSIS PREFERENCES REPORT

Analysis Preferences					
Sample Options	# Repeats:	3			
	Delay Time:	0.0 seconds			
	Sample Flush Time:	30 seconds			
	Analysis mode	Precision			
Source	Sample Introduction	Nebuliser			
	Plasma View:	Line Selection			
Analysis Maximum	Low WL Range	Axial	15	Radial	10
Integration Times (sec)	High WL Range:	Axial	30	Radial	25
Calibration Mode	Concentration				
Trailing Full Frame Options	Intelli-Frame:	Yes			
	Max Integration Time (sec):	30			
	WL Range:	Low			
	View:	Axial			
	Auto-Increment Sample Names:	No			
	Use Sample Weight Corrections:	No			

Source Settings

Nebuliser Pump	Flush Pump Rate (rpm):	60		
	Analysis Pump Rate (rpm):	35		
	Pump Relaxation Time (sec):	15		
	Pump Tubing Type:	Tygon Orange/White		
	RF Power:	1225	W	
	Nebuliser Flow:	0.60	L/min	
	Auxiliary Gas:	0.6	L/min	

Sammelanhang		Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
S23.1	für	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP19.1	2
MMgesICP19.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn						

SEQUENCE AUTOMATION REPORT

Sequence Automation Report

Initial Actions

<u>Operation</u>	<u>Failure Actions</u>
Calibrate	None
K24	None

At the end of the 'Initial Actions' phase halt sequence on any QC failure? No

Continuing Actions

<u>Operation</u>	<u>Failure Actions</u>	<u>Frequency</u>
K24	Calibrate, Re-Check	10

End Actions

<u>Operation</u>	<u>Failure Actions</u>
K24	None

At the end of the 'End Actions' phase invalidate data on any QC failure? No

Global QC Properties

Number of lines to fail a QC sample :	1
Maximum QC/Std visits per tube location :	15
Re-Run QC failed lines only? :	No
Sound alarm on first QC failure? :	No
Sound alarm on second QC failure? :	No
Extra Rinse Before QC Re-Check	No
Max Re-Run ReSlope attempts	1
Max Re-Run QC Attempts	1
Max Re-Run Calibration attempts	1
Max Re-Run Internal Std Attempts	0

Rinse Actions

Rinse time : 1 seconds

MMgesICP19.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn

ELEMENT SUBARRAY REPORT

Element, Wavelength and Order	Subarray Width	Subarray Height	Examination Location	Examination Width	Left Background			Right Background		
					?	Location	Width	?	Location	Width
Al 167.079 {502}	20	4	10	3	<input type="checkbox"/>	1	2	<input type="checkbox"/>	19	2
Al 237.312 {142}	13	3	6	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	10	1
Al 308.215 {109}	14	3	7	3	<input checked="" type="checkbox"/>	3	1	<input checked="" type="checkbox"/>	14	1
Al 308.215 {109}2	14	3	7	3	<input checked="" type="checkbox"/>	3	1	<input checked="" type="checkbox"/>	14	1
As 189.042 {478}	16	4	8	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	15	2
Ba 455.403 {74}	20	3	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	16	2
Ca 315.887 {107}	20	3	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	18	2
Ca 315.887 {107}2	20	3	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	18	2
Ca 318.128 {106}	14	2	7/8	2	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	14	1
Ca 396.847 {85}	18	2	9/10	2	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	15	1
Cd 228.802 {147}	16	3	8/9	2	<input checked="" type="checkbox"/>	5	1	<input checked="" type="checkbox"/>	14	1
Co 228.616 {148}	20	1	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	20	1
Co 230.786 {446}	16	3	8	3	<input checked="" type="checkbox"/>	4	1	<input checked="" type="checkbox"/>	14	1
Cr 205.560 {164}	20	1	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	7	1	<input checked="" type="checkbox"/>	17	1
Cu 324.754 {104}	20	1	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	16	1
Fe 238.204 {141}	20	2	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	20	1
Fe 238.204 {141}2	20	2	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	20	1
Fe 238.204 {141}3	20	2	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	20	1
Fe 271.441 {124}	14	3	7	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	13	2
K 766.490 {44}	20	1	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	6	1	<input checked="" type="checkbox"/>	16	1
K 766.490 {44}2	20	1	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	19	2
Mg 279.079 {121}	20	3	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	17	1
Mg 285.213 {118}	20	3	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	18	1
Mn 260.569 {129}	20	3	10/11	2	<input type="checkbox"/>	1	1	<input checked="" type="checkbox"/>	19	2
Mn 293.930 {115}	20	3	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	18	1
Na 589.592 {57}	18	1	9/10	2	<input checked="" type="checkbox"/>	5	2	<input checked="" type="checkbox"/>	17	2
Ni 231.604 {146}	20	1	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	5	2	<input checked="" type="checkbox"/>	20	1
P 213.618 {158}	20	3	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	3	1	<input checked="" type="checkbox"/>	15	1
Pb 220.353 {153}	16	1	8	3	<input checked="" type="checkbox"/>	4	1	<input checked="" type="checkbox"/>	14	1
S 182.034 {485}	20	5	10	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	2	<input checked="" type="checkbox"/>	19	2
Ti 337.280 {100}2	16	3	8	3	<input checked="" type="checkbox"/>	5	1	<input checked="" type="checkbox"/>	13	1
Zn 213.856 {158}	20	3	10/11	2	<input checked="" type="checkbox"/>	3	1	<input checked="" type="checkbox"/>	17	1

MMgesICP19.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn

ELEMENT STANDARD REPORT

Element, Wavelength and Order	Calibration Standards																	
	Blank KW		KW 1		KW 2		KW 3		KW 4		KW 5		KW 6		KW 7		KW 8	
	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc	?	Conc
Al 167.079 {502}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input type="checkbox"/>	20	<input type="checkbox"/>	50	<input type="checkbox"/>	100	<input type="checkbox"/>	10	<input type="checkbox"/>	300	<input type="checkbox"/>	5	<input type="checkbox"/>	200
Al 237.312 {142}	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
Al 308.215 {109}	<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
Al 308.215 {109}2	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
As 189.042 {478}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	500	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Ba 455.403 {74}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	4	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Ca 315.887 {107}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	20	<input type="checkbox"/>	50	<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input type="checkbox"/>	240	<input checked="" type="checkbox"/>	2.5
Ca 315.887 {107}2	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Ca 318.128 {106}	<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
Ca 396.847 {85}	<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Cd 228.802 {147}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	50	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Co 228.616 {148}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	200	<input type="checkbox"/>	500	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Co 230.786 {446}	<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Cr 205.560 {164}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	200	<input checked="" type="checkbox"/>	300	<input checked="" type="checkbox"/>	500	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	1500
Cu 324.754 {104}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	200	<input checked="" type="checkbox"/>	300	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	1000	<input type="checkbox"/>	
Fe 238.204 {141}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input type="checkbox"/>	20	<input type="checkbox"/>	50	<input type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	300
Fe 238.204 {141}2	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Fe 238.204 {141}3	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Fe 271.441 {124}	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
K 766.490 {44}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input type="checkbox"/>	40	<input type="checkbox"/>	20	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input type="checkbox"/>	100	<input type="checkbox"/>	60	<input type="checkbox"/>	80
K 766.490 {44}2	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
Mg 279.079 {121}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input checked="" type="checkbox"/>	40	<input checked="" type="checkbox"/>	20	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input checked="" type="checkbox"/>	60	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	80
Mg 285.213 {118}	<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Mn 260.569 {129}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input type="checkbox"/>	20	<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input type="checkbox"/>	30	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	50
Mn 293.930 {115}	<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
Na 589.592 {57}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input checked="" type="checkbox"/>	3	<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input checked="" type="checkbox"/>	4	<input checked="" type="checkbox"/>	6	<input type="checkbox"/>	
Ni 231.604 {146}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	100	<input checked="" type="checkbox"/>	200	<input checked="" type="checkbox"/>	300	<input checked="" type="checkbox"/>	500	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
P 213.618 {158}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input checked="" type="checkbox"/>	20	<input checked="" type="checkbox"/>	1	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Pb 220.353 {153}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	2000	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	1000	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	500
S 182.034 {485}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	20	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Ti 337.280 {100}2	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	8	<input checked="" type="checkbox"/>	2	<input checked="" type="checkbox"/>	16	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Zn 213.856 {158}	<input checked="" type="checkbox"/>	0	<input checked="" type="checkbox"/>	400	<input checked="" type="checkbox"/>	800	<input checked="" type="checkbox"/>	1200	<input checked="" type="checkbox"/>	1600	<input type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	3000	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	

MMgesICP19.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn

INTER-ELEMENT REPORT

Element, Wavelength and Order	Use?	# IECs	IEC	k1	k2	Calc-in-fit?
Al 167.079 {502}	<input checked="" type="checkbox"/>	None				
Al 237.312 {142}	<input checked="" type="checkbox"/>	None				
Al 308.215 {109}	<input type="checkbox"/>	None				
Al 308.215 {109}2	<input type="checkbox"/>	None				
As 189.042 {478}	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Fe	-0.001458	0.000000	No
Ba 455.403 {74}	<input type="checkbox"/>	None				
Ca 315.887 {107}	<input type="checkbox"/>	None				
Ca 315.887 {107}2	<input type="checkbox"/>	None				
Ca 318.128 {106}	<input checked="" type="checkbox"/>	None				
Ca 396.847 {85}	<input type="checkbox"/>	None				
Cd 228.802 {147}	<input checked="" type="checkbox"/>	1	As	0.011000	0.000000	No
Co 228.616 {148}	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Ti	1.850000	0.000000	No
Co 230.786 {446}	<input checked="" type="checkbox"/>	None				
Cr 205.560 {164}	<input checked="" type="checkbox"/>	None				
Cu 324.754 {104}	<input type="checkbox"/>	1	Fe	0.000000	0.000000	No
Fe 238.204 {141}	<input type="checkbox"/>	None				
Fe 238.204 {141}2	<input type="checkbox"/>	None				
Fe 238.204 {141}3	<input type="checkbox"/>	None				
Fe 271.441 {124}	<input checked="" type="checkbox"/>	None				
K 766.490 {44}	<input type="checkbox"/>	None				
K 766.490 {44}2	<input type="checkbox"/>	None				
Mg 279.079 {121}	<input type="checkbox"/>	None				
Mg 285.213 {118}	<input type="checkbox"/>	None				
Mn 260.569 {129}	<input type="checkbox"/>	None				
Mn 293.930 {115}	<input type="checkbox"/>	None				
Na 589.592 {57}	<input type="checkbox"/>	None				
Ni 231.604 {146}	<input type="checkbox"/>	None				
P 213.618 {158}	<input type="checkbox"/>	None				
Pb 220.353 {153}	<input checked="" type="checkbox"/>	2	Al	-0.075883	0.000000	No
			Fe	0.046068	0.000000	No
S 182.034 {485}	<input type="checkbox"/>	None				
Ti 337.280 {100}2	<input type="checkbox"/>	None				
Zn 213.856 {158}	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Fe	0.101110	0.000000	No

Sammelanhang S23.1

für	Element	Form	Gerät	Methoden-Nr.	Seite
	M	Mges	ICP(sim)	MMgesICP19.1	6
MMgesICP19.1 = Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Ti, Zn					

HERSTELLUNG DER STANDARDLÖSUNGEN

	KW 1	KW 2	KW 3	KW 4	KW 5	KW 6	KW 7	KW 8
Element	Konz. Volumen	Konz. Volumen	Konz. Volumen	Konz. Volumen	Konz. Volumen	Konz. Volumen	Konz. Volumen	Konz. Volumen
As				500 ppb 125µl				
Ba		4 ppm 1 ml						
Cd	50 ppb 12,5 µl	100 ppb 25 µl	150 ppb 37,5 µl					
Co	100 ppb 25 µl	200 ppb 50 ml	500 ppb 125 µl					
Cr	100 ppb 25 µl	200 ppb 50 ml	300 ppb 75 µl	500 ppb 125 µl				1500 ppb 375 µl
Cu	100 ppb 25 µl	200 ppb 50 ml	300 ppb 75 µl				1000 ppb 250 µl	
Ni	100 ppb 25 µl	200 ppb 50 ml	300 ppb 75 µl	500 ppb 125 µl				
Pb		2000 ppb 500 µl				1000 ppb 250 µl		500 ppb 125 µl
Zn	400 ppb 100 µl	800 ppb 200 µl	1200 ppb 300 µl	1600 ppb 400 µl		3000 ppb 750 µl		
Al	1 ppm 0,025 ml	20 ppm 0,5 ml	50 ppm 1,25 ml	100 ppm 2,5 ml	10 ppm 0,25 ml	300 ppm 7,5 ml	5 ppm 0,125 ml	200 ppm 5 ml
Ca	20 ppm 0,5 ml	50 ppm 1,25 ml	1 ppm 0,025 ml	100 ppm 2,5 ml	5 ppm 0,125 ml	10 ppm 0,25 ml	200 ppm 5 ml	2,5 ppm 0,0625 ml
Fe	2 ppm 0,05 ml	20 ppm 0,5 ml	50 ppm 1,25 ml	100 ppm 2,5 ml	10 ppm 0,25 ml	5 ppm 0,125 ml	200 ppm 5 ml	300 ppm 7,5 ml
K	5 ppm 0,125 ml	1 ppm 0,025 ml	40 ppm 1 ml	20 ppm 0,5 ml	10 ppm 0,25 ml	100 ppm 2,5 ml	60 ppm 1,5 ml	80 ppm 2 ml
Mg	4 ppm 0,1 ml	2 ppm 0,05 ml	40 ppm 1 ml	20 ppm 0,5 ml	10 ppm 0,25 ml	60 ppm 1,5 ml	100 ppm 2,5 ml	80 ppm 2 ml
Mn	2 ppm 0,05 ml	10 ppm 0,25 ml	20 ppm 0,5 ml	1 ppm 0,025 ml	5 ppm 0,125 ml	30 ppm 0,75 ml	40 ppm 1 ml	50 ppm 1,25 ml
Na	2 ppm 0,05ml	10 ppm 0,25 ml	3 ppm 0,075 ml	1 ppm 0,025 ml	5 ppm 0,125 ml	4 ppm 0,1 ml	6 ppm 0,15 ppm	8 ppm 0,2 ml
P	2 ppm 0,05	10 ppm 0,25 ml	20 ppm 0,5 ml	1 ppm 0,025	5 ppm 0,125 ml			
S	2 ppm 0,05 ml		20 ppm 0,5 ml	5 ppm 0,125 ml	10 ppm 0,25 ml			
Ti			8 ppm 0,2 ml	2 ppm 0,05 ml	16 ppm 0,4 ml			