

# Bestimmung von Cd, Cu, Ni, Pb und Zn im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)

Version 2.0 (2021)

Code der Referenzmethode	NaNO <sub>3</sub> -Mes		Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)	
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen	
	Standortcharakterisierung		
	Schadstoffbeurteilung		X
	Recyclingdünger	Kompost	
		Gärgut fest	
		Gärgut flüssig	
		Klärschlamm	
	Hofdünger	Mist	
Gülle			
Mineraldünger			
Pflanzkohle			
Forschungsmethoden			
Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen	Messen von Schadstoffen in Bodenproben laut VBBo. Wenn der totale und der lösliche Schwermetallanteil gemäss VBBo bekannt sind, können Aussagen über den Schwermetall-Belastungsgrad von Böden gemacht werden.		
Zulassungskriterien für Labors	Die Grenzen des Ringversuches ISE (WEPAL) werden eingehalten. Jährlich wird eine aktuelle Liste der empfohlenen Labors auf der Internetseite von Agroscope publiziert.		
Analysenprogramm	Probennahme	SDAN-PN	
	Probenaufbereitung	SDAN-PA	
	Aufschluss	NaNO <sub>3</sub> -Ex	
	Messung	NaNO <sub>3</sub> -Mes, TS	

Konzentrations- / Messbereich	
Angabe der Ergebnisse	<p>µg Cd/kg lufttrockenen Boden: keine Dezimalstelle</p> <p>µg Cu/kg lufttrockenen Boden: keine Dezimalstelle</p> <p>µg Ni/kg Trockensubstanz: keine Dezimalstelle</p> <p>µg Pb/kg Trockensubstanz: keine Dezimalstelle</p> <p>µg Zn/kg Trockensubstanz: 1 Dezimalstelle</p>
Äquivalente Methoden	Cd, Cu, Ni, Pb und Zn können mit verschiedenen Methoden gemessen werden. Hier werden Atomabsorptionsmethoden vorgestellt. Mit ICP-OES oder ICP-MS können gleiche Resultate erzielt werden.
Sicherheit / Umwelt	Keine besonderen Massnahmen



## Inhaltsverzeichnis

Cd-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)	3
Cu-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)	5
Ni-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)	7
Pb-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)	9
Zn-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)	11
Historie	14

# Cd-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)

## 1. Prinzip

Der Cadmiumgehalt im Natriumnitrat-Extrakt (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex) wird nach entsprechender Verdünnung mittels Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometrie mit Untergrundkompensation gemessen.

## 2. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometer mit Untergrundkompensation (Zeeman-Effekt oder Deuteriumlampe), Argon, spezifische Cadmium EDL-Lampe, Pyrokohlenstoffbeschichtete Graphitrohre mit L'vov Plattform.
- (B) Diluter mit Spritzensatz
- (C) Diverse Messkolben, Bechergläser und Probefläschchen
- (D) Magnetrührer
- (E) Präzisionswaage (0.001 g)

### Reagenzien

- (1) Deionisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit  $\leq 1 \mu\text{S/cm}$ , ISO Grade 2)
- (2) Salpetersäure p.a. (HNO<sub>3</sub> 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) 5 % Salpetersäure:  
55 ml Salpetersäure (2) zu ca. 700 ml H<sub>2</sub>O (1, C) geben und die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke von 1000 ml auffüllen.
- (4) 0.1 M Natriumnitrat-Lösung mit Salpetersäure sauergestellt:  
8.50 g Natriumnitrat (NaNO<sub>3</sub> p.a., M = 84.99 g/mol) einwiegen, mit H<sub>2</sub>O (1) in einen 1000 ml Messkolben (C) spülen und auflösen. 40 ml Salpetersäure (2) zugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Matrixmodifizier-Lösung:  
0.50 g Ammoniumdihydrogenphosphat suprapur ( (NH<sub>4</sub>)H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, M = 115.03 g/mol) und 0.150 g Magnesiumnitrat-Hexahydrat suprapur ( Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O, M = 256.41 g/mol) in ein Becherglas (C) einwiegen, ca. 25 ml H<sub>2</sub>O (1) zugeben und rühren (D). Sobald sich die Salze aufgelöst haben, die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) quantitativ in einen 50 ml Messkolben (C) spülen und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (6) Standardlösungen:
  - (6a) Cadmium-Stammlösung: 1.000 g Cd/l, gebrauchsfertig mit zertifiziertem Gehalt.
  - (6b) Cd-Standardlösung (1 mg Cd/l): 0.1 ml Cadmium-Stammlösung (6a) in einen 100 ml Messkolben pipettieren und mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) bis zur Marke auf 100 ml auffüllen.
- (7) Kalibrierlösungen:
  - 0  $\mu\text{g Cd/l}$ : 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4).
  - 1.0  $\mu\text{g Cd/l}$ : 0.1 ml Cd-Lösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 2.0  $\mu\text{g Cd/l}$ : 0.2 ml Cd-Lösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 3.0  $\mu\text{g Cd/l}$ : 0.3 ml Cd-Lösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.



# Cu-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)

## 6. Prinzip

Der Kupfergehalt im Natriumnitrat-Extrakt (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex) wird nach entsprechender Verdünnung mittels Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometrie mit Untergrundkompensation gemessen.

## 7. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometer mit Untergrundkompensation (Zeeman-Effekt oder Deuteriumlampe), Argon, spezifische Kupfer Hohlkathodenlampe, Pyrokohlenstoffbeschichtete Graphitrohre mit L'vov Plattform.
- (B) Diluter mit Spritzensatz
- (C) Diverse Messkolben, Bechergläser und Probefläschchen
- (D) Magnetrührer
- (E) Präzisionswaage (0.001 g)

### Reagenzien

- (1) Deionisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit  $\leq 1 \mu\text{S/cm}$ , ISO Grade 2)
- (2) Salpetersäure p.a. (HNO<sub>3</sub> 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) 5 % Salpetersäure:  
55 ml Salpetersäure (2) zu ca. 700 ml H<sub>2</sub>O (1, C) geben und die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke von 1000 ml auffüllen.
- (4) 0.1 M Natriumnitrat-Lösung mit Salpetersäure sauergestellt:  
8.50 g Natriumnitrat (NaNO<sub>3</sub> p.a., M = 84.99 g/mol) einwiegen, mit H<sub>2</sub>O (1) in einen 1000 ml Messkolben spülen und auflösen. 40 ml Salpetersäure (2) zugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Matrixmodifizier-Lösung:  
0.50 g Ammoniumdihydrogenphosphat suprapur ( (NH<sub>4</sub>)H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, M = 115.03 g/mol) und 0.150 g Magnesiumnitrat-Hexahydrat suprapur ( Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O, M = 256.41 g/mol) in ein Becherglas (C) einwiegen, ca. 25 ml H<sub>2</sub>O (1) zugeben und rühren (D). Sobald sich die Salze aufgelöst haben, die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) quantitativ in einen 50 ml Messkolben (C) spülen und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (6) Standardlösungen:
  - (6a) Kupfer-Stammlösung: 1.000 g Cu/l, gebrauchsfertig mit zertifiziertem Gehalt.
  - (6b) Kupfer-Standardlösung (10 mg Cu/l):  
1.0 ml Kupfer-Stammlösung (6a) in einen 100 ml Messkolben pipettieren und mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
- (7) Kalibrierlösungen:
  - 0  $\mu\text{g Cu/l}$ : 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4).
  - 10  $\mu\text{g Cu/l}$ : 0.1 ml Cu-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 20  $\mu\text{g Cu/l}$ : 0.2 ml Cu-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 30  $\mu\text{g Cu/l}$ : 0.3 ml Cu-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 50  $\mu\text{g Cu/l}$ : 0.5 ml Cu-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.

### Arbeitsvorschrift

Alle für diese Bestimmung verwendeten Glaswaren werden mit 5 % HNO<sub>3</sub> (3) gereinigt und mit H<sub>2</sub>O (1) gespült, um Kontaminationen auszuschliessen.

Den Autosampler auf das Einspritzvolumen von 20  $\mu\text{l}$  Messlösung und 20  $\mu\text{l}$  Matrixmodifizier (5) programmieren. Kalibrier- und Messlösungen (Bodenextrakte) unter dem Einsatz des spezifischen Temperaturprogrammes für die Cu-Bestimmung nacheinander messen. Sollte die Konzentration einer

Messlösung ausserhalb der Kalibrations-kurve liegen, muss die Messlösung mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) entsprechend verdünnt und nochmals gemessen werden.

- *Einstellungen:* Wellenlänge: 324.8 nm  
Spaltbreite: 0.7 nm
- *AAS-abhängige Parameter:* Veraschungstemperatur: 1300 °C (Argongasfluss: 300 ml/min)  
Atomisierungstemperatur: 2300 °C (Argongasfluss: 0 ml/min)

## 8. Berechnung

Die Resultate in µg Cu/kg Trockensubstanz werden wie folgt berechnet:

a = Cu-Gehalt der Messlösung (µg Cu/l) aufgrund der Kalibrationskurve.

b = Mengenfaktor: 75 ml Bodenextrakt entsprechen 30 g Boden.

1000 ml Bodenextrakt entsprechen 400 g Boden.

$$b = \frac{1000}{400} = 2.5$$

Gemäss Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex werden die Bodenextrakte durch Zugabe von 2 ml Salpetersäure (65 %) angesäuert. Diese Verdünnung muss ebenfalls berücksichtigt werden.

c = Mengenfaktor: 50 ml Messlösung enthalten 48 ml Bodenextrakt

1000 ml Messlösung enthalten 960 ml Bodenextrakt

$$c = \frac{1000}{960} = 1.0417$$

d = Trockensubstanzgehalt in % gemäss Referenzmethode TS

Zusätzliche Verdünnungen sind in der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

$$\mu\text{g Cu/kg lufttrockenen Boden} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

## 9. Resultatangabe

µg Cu/kg Trockensubstanz: keine Dezimalstelle

## 10. Bemerkungen

Durch die Messung einer Blindlösung, welche gleich behandelt wurde wie die Bodenproben (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex, Bemerkungen) sind Kontaminationen zu erkennen.

Eine Überprüfung der Messwerte sollte durch die zusätzliche Messung

- einer Cu-Kalibrierlösung, welche unabhängig von der Cu-Stammlösung der Kalibration hergestellt worden ist,
- einer Referenzprobe mit gleichen Eigenschaften wie die Messproben, periodisch durchgeführt werden.

Die Temperatur und Zeitdauer der verschiedenen Schritte des Temperaturprogrammes müssen dem Gerät, den Messlösungen und dem Alter des Graphitrohrofens angepasst werden. Das Temperaturprogramm setzt sich aus der Trocknung, der Veraschung, der Atomisierung der eingespritzten Lösung und dem Ausbrennen des Graphitrohres mit der maximalen Ofentemperatur zusammen.

Der Zeeman-Effekt (oder die Deuteriumlampe) kompensieren die Untergrundstörungen und die Zugabe von Matrixmodifier erhöht die Reproduzierbarkeit der Messung. Die Zugabe von Matrixmodifier und die Untergrundkompensation sind unerlässlich, um zuverlässige Messergebnisse zu erhalten.

# Ni-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)

## 11. Prinzip

Der Nickelgehalt im Natriumnitrat-Extrakt (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex) wird nach entsprechender Verdünnung mittels Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometrie mit Untergrundkompensation gemessen.

## 12. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometer mit Untergrundkompensation (Zeeman-Effekt oder Deuteriumlampe), Argon, spezifische Nickel Hohlkathodenlampe, Pyrokohlenstoffbeschichtete Graphitrohre.
- (B) Diluter mit Spritzensatz
- (C) Diverse Messkolben, Bechergläser und Probefläschchen
- (D) Magnetrührer
- (E) Präzisionswaage (0.001 g)

### Reagenzien

- (1) Deionisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit ≤ 1 μS/cm, ISO Grade 2)
- (2) Salpetersäure p.a. (HNO<sub>3</sub> 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) 5 % Salpetersäure:  
55 ml Salpetersäure (2) zu ca. 700 ml H<sub>2</sub>O (1, C) geben und die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke von 1000 ml auffüllen.
- (4) 0.1 M Natriumnitrat-Lösung mit Salpetersäure sauergestellt  
8.50 g Natriumnitrat (NaNO<sub>3</sub> p.a., M = 84.99 g/mol) einwiegen, mit H<sub>2</sub>O (1) in einen 1000 ml Messkolben (C) spülen und auflösen. 40 ml Salpetersäure (2) zugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Matrixmodifizier-Lösung:  
0.50 g Ammoniumdihydrogenphosphat suprapur ( (NH<sub>4</sub>)H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, M = 115.03 g/mol) und 0.15 g Magnesiumnitrat-Hexahydrat suprapur (Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O, M = 256.41 g/mol) in ein Becherglas (C) einwiegen, ca. 25 ml H<sub>2</sub>O (1) zugeben und rühren (D). Sobald sich die Salze aufgelöst haben, die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) quantitativ in einen 50 ml Messkolben (C) spülen und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (6) Standardlösungen:
  - (6a) Nickel-Stammlösung: 1.000 g/l, gebrauchsfertig mit zertifiziertem Gehalt.
  - (6b) Nickel-Standardlösung (10 mg Ni/l):  
1.0 ml Nickel-Stammlösung (6a) in einen 100 ml Messkolben pipettieren und mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
- (7) Kalibrierlösungen:
  - 0 μg Ni/l: 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4).
  - 10 μg Ni/l: 0.1 ml Ni-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 20 μg Ni/l: 0.2 ml Ni-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 30 μg Ni/l: 0.3 ml Ni-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 50 μg Ni/l: 0.5 ml Ni-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.

### Arbeitsvorschrift

Alle für diese Bestimmung verwendeten Glaswaren werden mit 5 % HNO<sub>3</sub> gereinigt (3) und mit H<sub>2</sub>O (1) gespült, um Kontaminationen auszuschliessen.

Den Autosampler auf das Einspritzvolumen von 20 μl Messlösung und 10 μl Matrixmodifizier (5) programmieren. Kalibrier- und Messlösungen (Bodenextrakte) unter dem Einsatz des spezifischen Temperaturprogrammes für die Ni-Bestimmung nacheinander messen. Sollte die Konzentration einer Messlösung ausserhalb der Kalibrationskurve liegen, muss die Messlösung mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) entsprechend verdünnt und nochmals gemessen werden.



# Pb-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)

## 16. Prinzip

Der Bleigehalt im Natriumnitrat-Extrakt (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex) wird nach entsprechender Verdünnung mittels Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometrie mit Untergrundkompensation gemessen.

## 17. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Graphitrohr-Atom-Absorptions-Spektrometer mit Untergrundkompensation (Zeeman-Effekt oder Deuteriumlampe), Argon, spezifische Blei EDL-Lampe bzw. spezifische Blei Hohlkathodenlampe, Pyrokohlenstoffbeschichtete Graphitrohre mit L'vov Plattform.
- (B) Diluter mit Spritzensatz
- (C) Diverse Messkolben und Bechergläser und Probefläschchen
- (D) Magnetrührer
- (E) Präzisionswaage (0.001 g)

### Reagenzien

- (1) Deionisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit ≤ 1 μS/cm, ISO Grade 2)
- (2) Salpetersäure p.a. (HNO<sub>3</sub> 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) 5 % Salpetersäure:  
55 ml Salpetersäure (2) zu ca. 700 ml H<sub>2</sub>O (1, C) geben und die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke von 1000 ml auffüllen.
- (4) 0.1 M Natriumnitrat-Lösung mit Salpetersäure sauregestellt:  
8.50 g Natriumnitrat (NaNO<sub>3</sub> p.a., M = 84.99 g/mol) einwiegen, mit H<sub>2</sub>O (1) in einen 1000 ml Messkolben spülen und auflösen. 40 ml Salpetersäure (2) zugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Matrixmodifizier-Lösung:  
0.50 g Ammoniumdihydrogenphosphat suprapur ( (NH<sub>4</sub>)H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, M = 115.03 g/mol) und 0.150 g Magnesiumnitrat-Hexahydrat suprapur ( Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O, M = 256.41 g/mol) in ein Becherglas (C) einwiegen, ca. 25 ml H<sub>2</sub>O (1) zugeben und rühren (D). Sobald sich die Salze aufgelöst haben, die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) quantitativ in einen 50 ml Messkolben (C) spülen und bis zur Marke auffüllen.
- (6) Standardlösungen:
  - (6a) Blei-Stammlösung: 1.000 g Pb/l, gebrauchsfertig mit zertifiziertem Gehalt.
  - (6b) Blei-Standardlösung (10 mg Pb/l):  
1.0 ml Blei-Stammlösung (6a) in einen 100 ml Messkolben pipettieren und mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
- (7) Kalibrierlösungen:
  - 0 μg Pb/l: 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4).
  - 12.5 μg Pb/l: 0.125 ml Pb-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 25.0 μg Pb/l: 0.250 ml Pb-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 37.5 μg Pb/l: 0.375 ml Pb-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 50.0 μg Pb/l: 0.500 ml Pb-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 62.5 μg Pb/l: 0.625 ml Pb-Standardlösung (6b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.

### Arbeitsvorschrift

Alle für diese Bestimmung verwendeten Glaswaren werden mit 5 % HNO<sub>3</sub> gereinigt (3) und mit H<sub>2</sub>O (1) gespült, um Kontaminationen auszuschliessen

Den Autosampler auf das Einspritzvolumen von 20 µl Messlösung und 20 µl Matrixmodifizier (5) programmieren. Kalibrier- und Messlösungen (Bodenextrakte) unter dem Einsatz des spezifischen Temperaturprogrammes für die Pb-Bestimmung nacheinander messen. Sollte die Konzentration einer Messlösung ausserhalb der Kalibrationskurve liegen, muss die Messlösung mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) verdünnt und nochmals gemessen werden.

- *Einstellungen:* Wellenlänge: 283.3 nm
- Spaltbreite: 0.7 nm
- *AAS-abhängige Parameter:* Veraschungstemperatur 800 °C (Argongasfluss: 300 ml/min)  
Atomisierungstemperatur 2000 °C (Argongasfluss: 0 ml/min)

## 18. Berechnung

Die Resultate in µg Pb/kg Trockensubstanz werden wie folgt berechnet:

a = Pb-Gehalt der Probelösung (µg Pb/l) aufgrund der Kalibrationskurve

b = Mengenfaktor: 75 ml Bodenextrakt entsprechen 30 g Boden  
1000 ml Bodenextrakt entsprechen 400 g Boden

$$b = \frac{1000}{400} = 2.5$$

Gemäss Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex werden die Bodenextrakte durch Zugabe von 2 ml Salpetersäure (65 %) angesäuert. Diese Verdünnung muss ebenfalls berücksichtigt werden.

c = Mengenfaktor: 50 ml Messlösung enthalten 48 ml Bodenextrakt  
1000 ml Messlösung enthalten 960 ml Bodenextrakt

$$c = \frac{1000}{960} = 1.0417$$

d = Trockensubstanzgehalt in % gemäss Referenzmethode TS

Zusätzliche Verdünnungen sind in der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

$$\mu\text{g Pb/kg lufttrockenen Boden} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

## 19. Resultatangabe

µg Pb/kg Trockensubstanz: keine Dezimalstelle

## 20. Bemerkungen

Durch Messung einer Blindlösung, welche gleich behandelt wurde wie die Bodenproben (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex,

Bemerkungen) sind Kontaminationen zu erkennen.

Eine Überprüfung der Messwerte sollte durch die zusätzliche Messung einer Pb-Kalibrierlösung, welche unabhängig von der Pb-Stammlösung der Kalibration hergestellt worden ist,

einer Referenzprobe mit gleichen Eigenschaften wie die Messproben, periodisch durchgeführt werden.

Die Temperatur und Zeitdauer der verschiedenen Schritte des Temperaturprogrammes müssen dem Gerät, den Messlösungen und dem Alter des Graphitrohrens angepasst werden. Das Temperaturprogramm setzt sich aus der Trocknung, der Veraschung, der Atomisierung der eingespritzten Lösung und dem Ausbrennen des Graphitrohres mit der maximalen Ofentemperatur zusammen.

Die Zugabe von Matrixmodifizier verhindert die Verflüchtigung des Bleis während der Veraschung. Der Zeeman-Effekt (oder die Deuteriumlampe) kompensieren die Untergrundstörungen. Die Zugabe von Matrixmodifizier und die Untergrundkompensation sind unerlässlich, um zuverlässige Messergebnisse zu erhalten.

# Zn-Bestimmung im Natriumnitrat-Extrakt (1:2.5)

## 21. Prinzip

Der Zinkgehalt im Natriumnitrat-Extrakt (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex) wird nach entsprechender Verdünnung mittels Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie gemessen.

## 22. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Flammen-Atomabsorptionsspektrometer, Acetylen und Druckluft, spezifische Zink Hohlkathodenlampe
- (B) Diluter mit Spritzensatz
- (C) Diverse Messkolben, Bechergläser und Probefläschchen
- (D) Präzisionswaage (0.001 g)

### Reagenzien

- (1) Deionisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit ≤ 1 μS/cm, ISO Grade 2)
- (2) Salpetersäure p.a. (HNO<sub>3</sub> 65 %, M = 63.01 g/mol)
- (3) 5 % Salpetersäure:  
55 ml Salpetersäure (2) zu ca. 700 ml H<sub>2</sub>O (1, C) geben und die Lösung mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke von 1000 ml auffüllen.
- (4) 0.1 M Natriumnitrat-Lösung mit Salpetersäure sauer gestellt:  
8.50 g Natriumnitrat (NaNO<sub>3</sub> p.a., M = 84.99 g/mol) einwiegen, mit H<sub>2</sub>O (1) in einen 1000 ml Messkolben (C) spülen und auflösen. 40 ml Salpetersäure (2) zugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Standardlösungen:
  - (5a) Zink-Stammlösung: 1.000 g Zn/L, gebrauchsfertig mit zertifiziertem Gehalt.
  - (5b) Zink-Standardlösung (100 mg Zn/L):  
10 ml Zink-Stammlösung (5a) in einen 100 ml Messkolben pipettieren und mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
- (6) Kalibrierlösungen:
  - 0 μg Zn/L: 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4).
  - 200 μg Zn/L: 0.2 ml Zn-Standardlösung (5b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 400 μg Zn/L: 0.4 ml Zn-Standardlösung (5b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 800 μg Zn/L: 0.8 ml Zn-Standardlösung (5b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 2'000 μg Zn/L: 2.0 ml Zn-Standardlösung (5b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.
  - 4'000 μg Zn/L: 4.0 ml Zn-Standardlösung (5b) mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) auf 100 ml verdünnen.

## Arbeitsvorschrift

Alle für diese Bestimmung verwendeten Glaswaren werden mit 5 % HNO<sub>3</sub> gereinigt (3) und mit H<sub>2</sub>O (1) gespült, um Kontaminationen auszuschliessen.

Das Spektrometer (A) nach den Vorschriften des Herstellers für die Zinkmessung einstellen und optimieren. Die Flamme 20 Minuten brennen lassen, damit die Messstabilität erreicht wird. Durch die Messung der Kalibrierlösung

0 µg Zn/L, Auto-Null des Gerätes festlegen. Die Kalibrier- und Messlösungen (Bodenextrakte) nacheinander messen. Sollte die Konzentration einer Messlösung ausserhalb der Kalibrationskurve liegen, muss die Messlösung mit 0.1 M Natriumnitrat-Lösung (4) verdünnt und nochmals gemessen werden.

- *Einstellungen:* Wellenlänge: 213.9 nm  
Spaltbreite: 0.7 nm
- *Flamme:* Druckluft/Acetylen (oxydierend, mager und blau)

## 23. Berechnung

Die Resultate in µg Zn/kg Trockensubstanz werden wie folgt berechnet:

a = Zn-Gehalt der Messlösung (µg Zn/L) aufgrund der Kalibrationskurve

b = Extraktionsverdünnung: 75 ml Bodenextrakt entsprechen 30 g Boden  
1000 ml = 1 L Bodenextrakt entsprechen 400 g = 0.4 kg Boden

$$b = \frac{1\text{L}}{0.4\text{ kg}} = 2.5\text{ L/kg}$$

Gemäss Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex werden die Bodenextrakte durch Zugabe von 2 ml Salpetersäure (65 %) angesäuert. Diese Verdünnung muss ebenfalls berücksichtigt werden.

c = Säureverdünnung: 50 ml Messlösung enthalten 48 ml Bodenextrakt  
1000 ml Messlösung enthalten 960 ml Bodenextrakt

$$c = \frac{1000\text{ ml}}{960\text{ ml}} = 1.0417$$

d = Trockensubstanzgehalt in % gemäss Referenzmethode TS

Zusätzliche Verdünnungen sind in der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

$$\mu\text{g Zn/kg lufttrockenen Boden} = a \cdot b \cdot c \cdot 100 / d$$

## 24. Resultatangabe

µg Zn/kg Trockensubstanz: 1 Dezimalstelle

## 25. Bemerkungen

Durch Messung einer Blindlösung, welche gleich behandelt wurde wie die Bodenproben (Methode NaNO<sub>3</sub>-Ex,

Bemerkungen), sind Kontaminationen zu erkennen.

Eine Überprüfung der Messwerte sollte durch die zusätzliche Messung einer Zn-Kalibrierlösung, welche unabhängig von der Zn-Stammlösung der Kalibration hergestellt worden ist,

einer Referenzprobe mit gleichen Eigenschaften wie die Messproben, periodisch durchgeführt werden.

Es ist von Vorteil:

Auto-Null durch Messung der Kalibrierlösung 0 µg Zn/L nach 10 Messlösungen zu kontrollieren.

mehrere Messungen pro Messlösung durchzuführen und den Mittelwert als Resultat anzunehmen.

weitere Lösungen mit den Zinkgehalten 20, 50 und 100 µg Zn/L herzustellen und wie die Messlösungen zu messen. Falls das Gerät genügend empfindlich ist, und die Messung zufriedenstellend verläuft, kann die Nachweisgrenze tiefer festgelegt werden.

## Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1.0 (1998)	Erstellung Methode		
Version 2.0 (2021)	Zusammenlegen der Analysenmethoden  Einheiten der Elemente laut VBBo definiert  editorisch	Einheit in $\mu\text{g}/\text{kg}$ Trockengewicht  Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout	Alle Elemente einzeln in Methoden  Einheit in $\mu\text{g}/\text{kg}$ lufttrockener Boden