

## Richtlinien für die ICP - MS Proben

Die ICP-AES-Methode ist sehr empfindlich und daher ist es wichtig Gefäße die während des Aufschlusses verwendet werden gründlich zu reinigen und vor Kontamination (z.B. Staub oder Fingerabdrücke) zu schützen.

Zur Reinigung von Glaswaren eignet sich folgendes Standardverfahren: Einlegen der Gefäße über Nacht in 0.5% Salpetersäure und sie am andern Tag mehrfach mit deionisiertem Wasser zu Spülen.

Um Kontaminationen zu vermeiden ist es am besten, alle Glaswaren, Reagenzien, Wasser etc. getrennt von anderen Laborgeräten zu halten.

### 1) Bestimmung von Frisch-und Trockengewicht

Für eine genaue Bestimmung von Frisch-und Trockengewicht des Pflanzenmaterials werden vorgetrocknete Glasfläschchen (z.B. Glas Szintillationsgefäße, getrocknet über Nacht bei 65°C) verwendet. Die 15 ml Falcon-Röhrchen verlieren Gewicht im Ofen, so dass sie sich daher nicht zur genauen Gewichtsbestimmung eignen.

### 2) Aufschluss von pflanzlichen Trockenmasse

ACHTUNG: Arbeiten mit Säure sind unter dem Abzug zu erledigen.

- 1 bis 2 mg Trockensubstanz (total 8-20mg) pro ml Endextraktionsvolumen
- Bsp: 10 mg mit 715µl HNO<sub>3</sub> konz. in einem 15ml Falconröhrchen
- [Bei seltenen Elementen wie As, Cd, Zn, Cu, Mo usw. ist es sinnvoll mehr Trockenmasse einzusetzen um das Detektionslimit der ICP zu erreichen]
- Gemisch bei 95°C im Wasserbad 1h kochen, Falcons hierbei nicht vollständig schliessen sondern Deckel andrehen. EXPLOSIONSGEFAHR.
- 2 leere Falcons als Blank mitbehandeln
- Sobald die Trockensubstanz gelöst ist, Röhrchen auf Raumtemperatur runterkühlen lassen.
- In deionisiertem Wasser auf ein Endvolumen von 10ml (ein Mindestvolumen von 3 ml ist für die Messungen erforderlich). Achtung: Heiße Säure ! Die endgültige Säurekonzentration beträgt 5%.
- Säurekonzentration kann höher sein, muss aber im Rahmen der Geräteverträglichkeit liegen.
- Die Proben sind nun bereit für die Messung.

### **3) Bestimmung der Messelemente**

Bereiten Sie eine geeignete Konzentrationsreihe (muss die zu erwartende Konzentrationsbandbreite der Proben abdecken) von Standards vor, um eine Kalibrierungskurve zu erhalten bevor Sie beginnen. Die Standards können mehrere Elemente enthalten. Achten Sie darauf dass die Standards die gleiche Säurekonzentration haben wie die Proben.

### **4) Kennzeichnung der Proben**

Bitte beschriften Sie die Fläschchen eindeutig und lesbar mit dauerhaftem Marker, Ihren Initialen und fortlaufenden Nummern über die gesamte Projektlaufzeit.

Verfahren muss möglicherweise an ihre Proben angepasst werden.

Zuletzt aktualisiert am: 22.07.2016