



---

***PROBENAUFSCHLUSS UND  
PROBENVORBEREITUNG FÜR AAS/ICP***



# 1 Probenaufschluß und Probenvorbereitung für AAS/ICP

Vor Durchführung der Aufschlüsse ist Abschnitt 2 über die Handhabung des Mikrowellenaufschlußgerätes sorgfältig zu lesen!

Die Sicherheitshinweise auf Seite 2 sind unbedingt zu beachten!

## 1.1 Sicherheitshinweise

1. Für den Umgang mit konzentrierten Säuren gilt: Nur mit Schutzbrille und nur unter dem Abzug arbeiten.
2. Beim Öffnen der Gefüße unbedingt Schutzbrille tragen
3. Nach Ablauf des Programms keinesfalls die Behälter sofort öffnen, da sie noch unter Druck stehen
4. Beim Lockern der Spannschrauben sollen die Abblaslöcher vom Körper wegzeigen, da es durch den verbleibenden Restdruck zum Abblasen von Säuredämpfen kommt.
5. Nie mehr als 0,5g Trockensubstanz verwenden. Keine Metalle oder ähnliches im Mikrowellenofen aufschließen, da Metalle bevorzugt die Mikrowellenenergie aufnehmen und sich durch den Teflonbehälter schmelzen können.
6. Die Rotorachse nie von Hand drehen, da dies zur Beschädigung des Antriebs führt.
7. Da trockene pulverförmige organische Substanzen zusammen mit oxidierenden Aufschlußmitteln mitunter zu heftigen Reaktionen neigen, empfiehlt es sich, die Behälter vor dem Aufschluß ca. 10 min bei Raumtemperatur stehen zu lassen und gelegentlich umzuschwenken.
8. Sollte es während des Programmablaufs zu einer heftigen Abblasreaktion kommen, so muß das Programm mittels Stoptaste unterbrochen werden.
9. Keine hochsiedenden Säuren, wie Perchlorsäure oder Schwefelsäure, verwenden.



---

---

## **1.2 Aufschlußverfahren**

In der Analytik müssen die meisten Proben vor der eigentlichen Messung entsprechend aufbereitet werden. Bei der (Schwer)metallanalytik mittels AAS/ICP müssen die Proben in flüssiger Form vorliegen. (Ausnahme ist bei der AAS die Graphitrohrtechnik, bei der auch feste Proben analysiert werden können. Da Flüssigkeiten genauer dosiert werden können, wird die Feststoffaufgabe nur dann angewendet, wenn minimale Probenmengen thermisch leicht zersetzbarer Substanzen zur Verfügung stehen.)

Durch Probenaufschlußverfahren werden die in der Probe enthaltenen Metallverbindungen in lösliche Salze überführt und störende Matrixverbindungen zerstört. Je nach Probenzusammensetzung und den zu analysierenden Elementen werden verschiedene Aufschlüsse verwendet. Man unterscheidet zwei Hauptgruppen von Aufschlußverfahren: Säureaufschlüsse und Schmelzaufschlüsse.

### **1.2.1 Aufschlüsse mit Säuren**

**Säureaufschlüsse:** z.B. Aufschluß mit HCl; verdünnter 2molarer HNO<sub>3</sub>; verdünnter H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; für leicht lösliche Legierungen z.B. Aluminiumlegierungen, Magnesiumlegierungen ...

**Oxidierende Säureaufschlüsse:** z.B. Aufschluß mit HNO<sub>3</sub>, Königswasser; HCl/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; für organische Substanzen wie Nahrungsmittel, Pflanzen- und Tierproben; Legierungen, welche sich in oxidierenden Säuren lösen (z.B. Edelmetalllegierungen, Cu-Legierungen); Bodenproben; Klärschlämme; (Bei Bodenproben und Klärschlämmen werden nur die säurelöslichen Anteile erfaßt. Da die meisten durch den Menschen verursachten Schwermetallbelastungen aus in oxidierenden Säuren löslichen Verbindungen bestehen, genügt es zur Beurteilung derartiger Belastungen meist, die Probe oxidierend aufzuschließen. Sollen allerdings die in säureunlöslichen Silikaten eingeschlossenen Kationen mit erfaßt werden, muß der Aufschlußlösung HF zugesetzt werden.) Beim Aufschluß von organischen Materialien wird gelegentlich auch der Ausdruck Naßveraschung verwendet, da die organischen Bestandteile zum Teil zu CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O oxidiert werden.

**Flußsäureaufschluß:** Durch den Flußsäureaufschluß werden Silikate (Gläser und natürliche Silikate in Gestein und Bodenproben) zersetzt, wobei Si als gasförmiges Siliziumtetrachlorid entweicht, die im Silikat eingebauten Kationen gehen hierbei in Lösung. Auch Legierungen und einige Verbindungen der selteneren Metalle Zr, Nb, Ta können nur durch Flußsäure gelöst werden. Als Ersatz für Flußsäure dient bei Druck- und Mikrowellenaufschlußsystemen Ammoniumfluorid. (Der Aufschluß mit Flußsäure und flußsäurehaltigen Säuregemischen muß in Teflongefäßen durchgeführt werden, da Flußsäure Glasgeräte angreift.)

### **1.2.2 Aufschlußgeräte**

Im einfachsten Fall kann der Aufschluß in einem offenen Gefäß (Becherglas, Erlenmeierkolben) durchgeführt werden. Die Probe wird zusammen mit der Aufschlußsäure in dem Gefäß zum Sieden erhitzt. Bei schwer zersetzbaren Substanzen muß von Zeit zu Zeit der verkochte Säureanteil ersetzt werden.

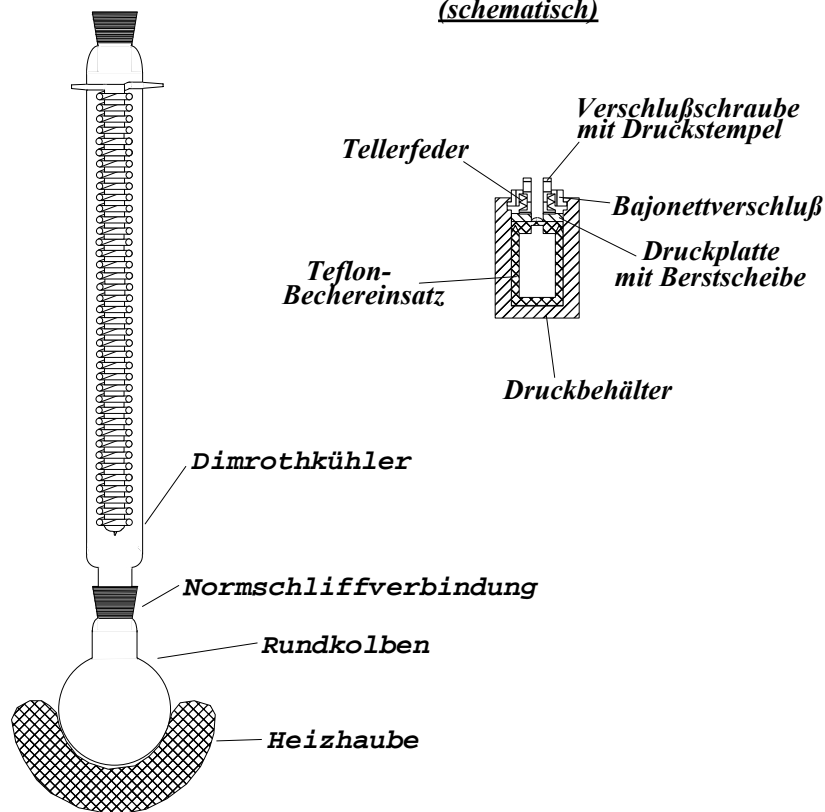
Eine etwas elegantere Methode ist das Rückflußkochen. Die Substanz wird zusammen mit der Säure in einer Glasapparatur, bestehend aus Rundkolben, Rückflußkühler und Heizhaube, zum Sieden erhitzt. Der verkochte Säureanteil kondensiert im Kühler und tropft in den Kolben zurück.

Das in der Praxis gebräuchlichste Aufschlußgerät ist die Aufschlußbombe. Die Substanz wird zusammen mit der Aufschlußsäure in einer Aufschlußbombe auf 140 bis 160°C erhitzt. Hierbei kann sich ein Druck von bis zu 200 bar aufbauen. Beim normalen Aufschluß ist die Temperatur durch den Siedepunkt der Aufschlußsäure begrenzt. Beim Druckaufschluß liegen die maximal möglichen Temperaturen höher. So kann ein vollständigerer und schnellerer Aufschluß erreicht werden, da sich die Reaktionsgeschwindigkeit mit steigender Temperatur stark erhöht. Die Aufschlußbomben werden entweder im Wärmeschrank oder in beheizbaren Aluminiumblöcken erhitzt. Die modernen Aufschlußsysteme arbeiten mit Mikrowellen. Bei Mikrowellensystemen werden die langen Aufheizzeiten, wie sie bei der Verwendung von Wärmeschränken und Aluminiumblöcken entstehen, drastisch verringert, wodurch sich die Aufschlußzeiten von ca. 8h auf max. 2h verringern. Ein derartiges System wird im Praktikum für die Aufschlüsse verwendet. Bei Druckaufschlüssen dürfen keine Säuren oder Zusätze, wie Perchlorsäure oder Wasserstoffperoxid, verwendet werden, die (zusammen mit organischen Stoffen) zu explosiven Reaktionen neigen.



---

**Einfache Rückflussapparatur Druckaufschlußbombe  
(schematisch)**



### **1.2.3 Schmelzaufschlüsse:**

Mit Schmelzaufschlüssen können Silikate und säureschwerlösliche Verbindungen wie Erdalkalisulfate hochgeglühte Metalloxide aufgeschlossen und in Lösung gebracht werden. Verwendet werden vor allem alkalische Schmelzaufschlüsse mit Alkalicarbonaten oder -hydroxiden und saure Aufschlüsse mit Kaliumhydrogensulfat. Daneben werden noch einige Aufschlüsse für spezielle Verbindungen verwendet. Bei der Durchführung der Schmelzaufschlüsse wird die Substanz mit dem Aufschlußmittel vermengt und in einem geeigneten Tiegel mit einem Bunsenbrenner oder im Glühofen geschmolzen. Nach Erkalten der Schmelze wird der Schmelzkuchen mit Wasser ausgelaugt und der Rückstand mit Säure gelöst. Nachteilig wirkt sich aus, daß die Lösungen größere Mengen Alkalisalze enthalten, die zum einen die Bestimmung der Alkalimetalle verhindern und zum anderen zu Störungen bei der eigentlichen Messung führen können.

### **1.2.4 Sonstiges**

Zum Aufschluß von organischen Materialien wird auch die trockene Veraschung verwendet. Die Substanz wird in einem Tiegel verbrannt und der Rückstand zur Verbrennung von Rußpartikeln im Glühofen geglüht. Die Asche wird in Säure aufgenommen und die so erhaltenen Lösungen werden vermessen. Diese Methode hat den Nachteil, daß bei der Verbrennung Verluste durch in Rauchpartikeln eingeschlossene Elemente und bei leicht flüchtigen Elementen entstehen können.

Bei allen Aufschlußverfahren sind die Eigenschaften der zu bestimmenden Elemente mit zu berücksichtigen. So bilden einige Elemente schwerlösliche Salze wie  $\text{AgCl}$ ,  $\text{BaSO}_4$ , so daß gegebenenfalls spezielle Verfahren erforderlich sind. Andere Elemente und ihre Verbindungen, wie Selen oder Quecksilber, sind leicht flüchtig, so daß ein Abdampfen verhindert werden muß.

Die durch die Aufschlüsse erhaltenen Probelösungen werden entweder direkt analysiert oder in einem weiteren Probenvorbereitungsschritt entweder verdünnt oder es werden für extreme Spurenanalytik einzelne Elemente oder Elementgruppen angereichert. Zur Anreicherung stehen folgende Verfahren zur Verfügung: Aufkonzentrieren der Lösungen durch Eindampfen; Fällungsreaktionen; Extraktionsverfahren oder die Anreicherung an speziellen Ionentauschern.

Für viele Analysenprobleme gibt es in der Literatur eine Reihe von Aufschlußvorschriften so daß man bei neuartigen Proben sich zuerst in der Literatur über in Frage kommende Aufschlüsse orientieren sollte.



---

## **1.3 Aufbau und Handhabung des Mikrowellenaufschlußgerätes**

### **1.3.1 Die Wirkung von Mikrowellen in Mikrowellenöfen**

Mikrowellen sind elektromagnetische Wellen mit einer Wellenlänge von  $10^{-1}$  -  $10^{-3}$  m. Die Erwärmung von Substanzen durch Mikrowellen beruht auf zwei Mechanismen:

1. Frei bewegliche Ladungsträger (Elektronen oder Ionen) können Mikrowellen absorbieren. Die Ladungsträger werden im elektrischen Wechselfeld beschleunigt und geben ihre kinetische Energie durch Stoß an andere Teilchen in der Substanz ab.
2. Dipolmoleküle (z.B.  $H_2O$ ) versuchen sich im elektrischen Feld auszurichten. Im Wechselfeld werden die Moleküle hin und hergedreht, wobei durch zwischenmolekulare Reibung sogenannte dielektrische Verluste auftreten.

Beide Mechanismen sind frequenzabhängig.

### **1.3.2 Aufbau des Mikrowellenaufschlußgerätes MLS 1200**

**Das System besteht aus drei funktionellen Einheiten:**

1. Dem eigentlichen Mikrowellengerät mit eingebauter programmierbarer Steuerung.
2. Einer Absaugeinheit
3. Dem Rotoreinsatz mit 6 Aufschlußbomben. (Um Inhomogenitäten des Mikrowellenfeldes auszugleichen, werden die Aufschlußbomben im Feld gedreht)

### **1.3.3 Durchführung des Aufschlusses**

#### **1.3.3.1 Befüllen und Zusammenbau der Druckbehälter**

Im Praktikum wird für die Analytik mittels AAS/Graphitrohrtechnik - soweit möglich - ein reiner Salpetersäureaufschluß verwendet, da hier die im Königwasseraufschluß enthaltene Salzsäure und die enthaltenen Chloride stören. (In der Veraschungsphase werden sowohl die organischen Bestandteile der Probe als auch die enthaltenen Metallnitrate zersetzt, wobei aus den Nitraten entweder Metallnitrite oder Oxide entstehen. Diese Verbindungen besitzen einen Siedepunkt weit über der Veraschungstemperatur, während viele Chloride bei den Temperaturen der Veraschungsphase schon merklich flüchtig sind.)

Element	Siedepunkt Oxid in °C	Siedepunkt Chlorid in °C	Veraschungstemperatur nach Perkin-Elmer
Pb	1472	951	500
Cd	>1230	960	300
Fe(III)	>1570	319	1200

Störungen durch das Aufschlußmedium können minimiert werden, indem man der Blindprobe und dem Standard ungefähr dieselbe Menge an Säure bzw. Ammoniumfluorid zusetzt. Hierzu werden zwei der sechs Aufschlußbehälter nur mit der Aufschlußmischung befüllt.



#### 1.3.3.1.1 Einwiegen der Substanz

Die Substanzen werden direkt in die Behälter eingewogen. Bei pulverförmigen Substanzen sollte ein kleiner Glasrichter verwendet werden, da keine trockene Substanz an den Behälterwänden haften sollte.

Für den **vollständigen Aufschluß von silikathaltigen Substanzen** wird, als Ersatz für die wegen ihrer Gefährlichkeit im Praktikum nicht verwendete Flußsäure, festes Ammoniumfluorid hinzugefügt. Auch einige Pflanzenarten enthalten einige Prozent Kieselsäure so, daß es sich empfiehlt, beim Aufschluß von Blättern etwas Ammoniumfluorid zuzusetzen. Für viele Zwecke genügt es jedoch, die Substanz mit reiner Salpetersäure aufzuschließen. Den eventuell auftretenden silikathaltigen Rückstand entfernt man durch Sedimentation, wobei der klare Überstand verwendet wird.

***Achtung! Nie mehr als 0,5g Trockensubstanz verwenden.***

Der Wassergehalt natürlicher biologischer Substanzen (z.B. Blätter, fettarmes Fleisch) liegt zwischen 60 und 80%. Es wird daher bei frischen biologischen Proben die dreifache Menge der im Anhang angegebenen Einwaagen, bei gleicher Säuremenge verwendet.

(Da die Wassergehalte in den meisten natürlichen Substanzen stark schwanken, werden die Schwermetallgehalte auf die Trockenmasse der Probe bezogen. Die korrekte Vorgehensweise wäre es daher, die Substanz im Trockenschrank einige Stunden (z.B. über Nacht) zu trocknen und den Aufschluß mit der gewogenen trockenen Substanz durchzuführen. Aus Zeitgründen wird im Praktikum hierauf verzichtet und der Trocknungsverlust wird gesondert bestimmt.)

#### 1.3.3.1.2 Bestimmung des Trocknungsverlustes:

In einer gewogenen Abdampfschale werden einige Gramm der feuchten Substanz im Trockenschrank bis zum nächsten Praktikumstermin getrocknet. Es wird der Trockenverlust bestimmt und bei der Auswertung der Messergebnisse berücksichtigt.

#### 1.3.3.1.3 Hinzufügen der Aufschlußsäuren.

***Für den Umgang mit konzentrierten Säuren gilt: Nur mit Schutzbrille und nur unter dem Abzug arbeiten.***

Vor Zugabe der Aufschlußsäuren wird der Behälter in den Schutzmantel gesteckt. Menge und Art der Säure kann für die verschiedenen Matrices der Methodensammlung im Anhang entnommen werden. Um die Säure und die Substanz innig miteinander zu vermischen, werden die Behälter vorsichtig geschwenkt.

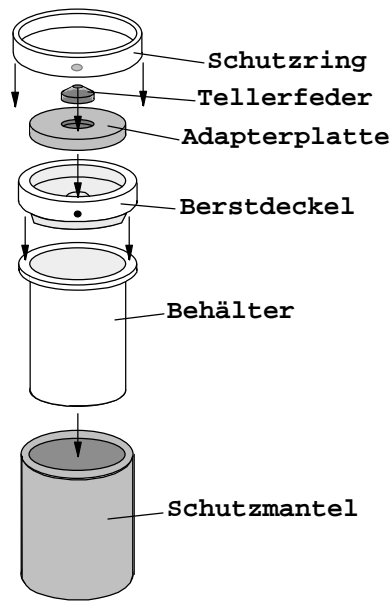
***Achtung!***

***Da trockene pulverförmige organische Substanzen zusammen mit oxidierenden Aufschlußmitteln mitunter zu heftigen Reaktionen neigen, empfiehlt es sich die Behälter vor dem Aufschluß ca. 10 min bei Raumtemperatur stehen zu lassen und gelegentlich umzuschwenken.***

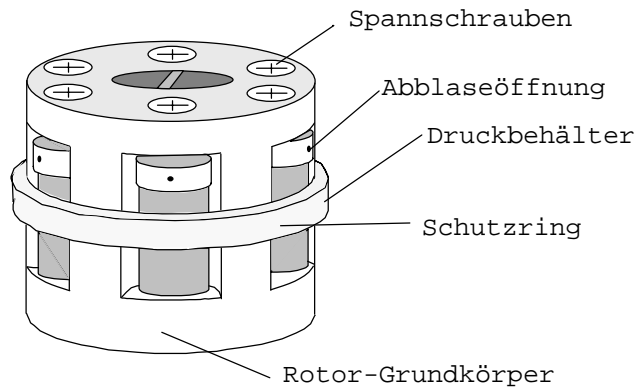
***Keine hochsiedenden Säuren wie Perchlorsäure oder Schwefelsäure verwenden.***

#### 1.3.3.1.4 Zusammenbau der Aufschlußgefäße

Die Behälter werden, wie in der Abbildung gezeigt, sorgfältig zusammengebaut. Hierbei ist darauf zu achten, daß die einzelnen Teile sauber und trocken sind. Insbesondere sind der Behälterrand und der Berstdeckel zu überprüfen. An den Behälterinnenwänden dürfen sich keine trockenen Substanzreste befinden. Es empfiehlt sich, vor dem Zusammenbau eine Wartezeit von etwa 5 min abzuwarten, bis sich bei heftigeren Reaktionen das Gemisch etwas beruhigt hat.



### 1.3.3.2 Der Rotoreinsatz



Der Rotoreinsatz besteht aus dem Grundkörper, den 6 Druckbehältern und dem Schutzring.

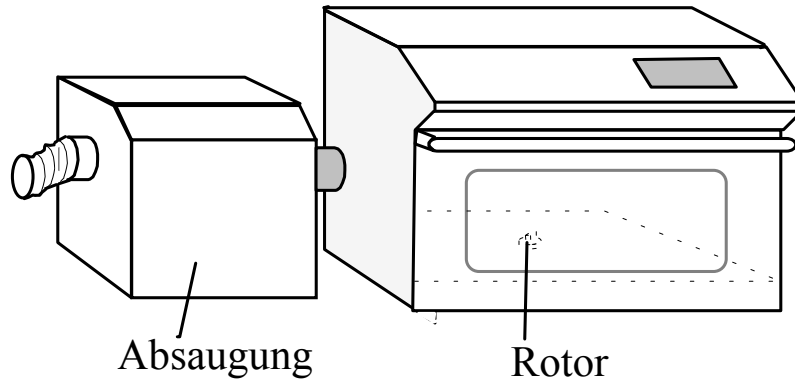
#### 1.3.3.2.1 Zusammenbau:

Der Grundkörper wird auf die Montageplatte gestellt (Der Grundkörper muß in die drei Stifte einrasten.). Die befüllten und verschlossenen Druckbomben werden mit der Abblaseöffnung nach außen in den Grundkörper gestellt. Um ein Herausfallen der Druckbehälter zu verhindern, wird der Schutzring über den gesamten Einsatz gezogen. Zuletzt werden mit dem Spezialschlüssel die Spanschrauben folgendermaßen angezogen:

Den Schlüssel am oberen gerändelten Teil fassen und die 6 Spanschrauben leicht anziehen. Anschließend die Spanschrauben unter Hebelwirkung 1/2 Drehung (nicht mehr) festziehen.



### 1.3.3.3 Bedienung des Mikrowellengerütes



#### 1.3.3.3.1 Programmierung des Systems

Im MLS 1200 können bis zu 10 Schritte programmiert werden. Hierbei wird die Zeitdauer und die eingestrahlte Mikrowellenleistung. eingegeben. Folgendes ist dabei zu beachten:

1. Um heftige Anfangsreaktionen zu vermeiden, am Anfang 5-10 min nur mit 250 W Leistung aufschließen.
2. Am Ende des Programms einen Schritt (Vent) zur Kühlung einschalten (ca. 5 min)
3. Zwischen den einzelnen Schritten zum Abbau des Drucks jeweils einen Schritt von 1 min ohne Mikrowellenleistung einbauen.
4. Die Leistung von Schritt zu Schritt langsam steigern.
5. Nie die maximal mögliche Leistung von 1000 W verwenden; die meisten Proben können mit geringerer Leistung aufgeschlossen werden.
6. In den Rotor müssen mindestens 4 befüllte Aufschlußbehälter eingesetzt werden um genügend Mikrowellenleistung zu absorbieren.
7. Bei Einsatz größerer Proben- und Säuremengen muß die Mikrowellenleistung ( $> 250W$ ) der einzelnen Schritte reduziert werden.
8. Bei Methodenentwicklung mit 100-200 mg Substanz beginnen und die Menge schrittweise um 100 mg steigern.
9. Das Gerät nie ohne Absaugung betreiben, da es bei heftigen Reaktionen zum Abblasen des Überdrucks kommen kann. Hierbei werden giftige Gase, wie  $NO_x$  und HF frei.

Die meisten Substanzen können mit einem Standardprogramm aufgeschlossen werden, welches unter Programm 2 abgespeichert ist:

1. Schritt 5 min 250W
2. Schritt 1 min 0W
3. Schritt 5 min 250W
4. Schritt 1 min 0W
5. Schritt 4 min 400W
6. Schritt 1 min 0W
7. Schritt 3 min 500W
8. Schritt 1 min 0W
9. Schritt 3 min 600W
10. Schritt 5 min 250W





#### 1.3.3.3.2 Einsetzen des Rotoreinsatzes und Starten des Programms:

***Die Rotorachse nie von Hand drehen, da dies zur Beschädigung des Antriebs führt***

1. Gerät einschalten
2. F1 = Work
3. Programm 2 auswählen
4. F3 = OK
5. Rotor mit F1 so in Position bringen, daß der Einsatz mit der Führungsschiene auf den Rotor geschoben werden kann und auf der Antriebsachse einrastet. Ein schwarzer Punkt auf dem Rotorkörper muß nach Vorne zeigen. Sollte der Einsatz nicht einrastet, so geschieht dies nach vorsichtigem Drehen des Rotoreinsatzes
6. Start

***Sollte es während des Programmablaufs zu einer heftigen Abblasreaktion kommen, so muß das Programm mittels Stoptaste unterbrochen werden.***

#### 1.3.3.4 Öffnen der Gefäße:

***Beim Öffnen der Gefäße unbedingt Schutzbrille tragen.***

***Nach Ablauf des Programms keinesfalls die Behälter sofort öffnen, da sie noch unter Druck stehen.***

1. Nach Ablauf des Programms wird der Rotoreinsatz über die Funktionstaste gedreht, bis der schwarze Punkt nach vorne zeigt. Der Einsatz wird aus der Mikrowelle genommen und in einem Wasserbad gekühlt. Der Einsatz sollte etwa bis zur Mitte des Schutzrings ins Wasser eintauchen. Nach etwa 20 Minuten sind die Behälter handwarm und können im Abzug vorsichtig geöffnet werden. Vor dem Öffnen wird der Einsatz mit saugfähigem Papier abgetupft.

***Beim Lockern der Spannschrauben sollen die Abblaslöcher vom Körper wegzeigen, da es durch einen verbleibenden Restdruck zum Abblasen von Säuredämpfen kommt.***

2. Die Spannschrauben werden langsam geöffnet, bis es zu einer Abblasen kommt. Nachdem sich der Restdruck abgebaut hat, werden die Schrauben ganz geöffnet und die Druckbehälter werden entnommen.
3. Die ungeöffneten Bomben werden 2-3 mal auf die Tischunterlage gestoßen, um am Deckel haftende Tropfen nach unten in die Behälter zu bringen.
4. Abheben von Tellerfeder und Adapterplatte mit Hilfe eines Spatels.
5. Entfernen des Schutzrings: (Um ein ruckartiges Abrutschen des Rings zu vermeiden drückt man mit dem Zeigefinger einer Hand auf den Berstdeckel und dreht mit der anderen Hand den Ring unter schwachem Zug hin und her, bis er sich löst.)
6. Entfernen des Schutzmantels.
7. Überführen der Aufschlußlösung in einen 100 ml - Meßkolben, wobei Deckel und Behälter 2-3 mal mit destilliertem Wasser gespült werden.
8. Auffüllen des Meßkolbens



---

9. Für die AAS-Graphitrohrtechnik werden 20-25 ml der Lösung in ein 25 ml - Polystyrolröhrchen (Nuncröhrchen) überführt.

10. Für die AAS-Kaltdampftechnik wird die restliche Lösung in ein 100 ml - Weithalsglas überführt, in dem 200 mg festes Kaliumdichromat vorgelegt wurde. Das Kaliumdichromat dient zur Stabilisierung der Quecksilberionen.

Die fertigen Lösungen werden im Kühlschrank bis zur Analyse aufbewahrt.

Eine Filtration der Lösungen ist im allgemeinen nicht notwendig. Auch eine leichte Trübung der Lösungen durch feinste Teilchen stört meistens nicht. Größere Mengen eines unlöslichen Niederschlags müssen jedoch durch Sedimentation entfernt werden. Man läßt die Lösung im aufgefüllten Meßkolben über Nacht stehen und verwendet den klaren Überstand für die Analyse. (Die klare Lösung läßt sich z.B. mit einer Pipette vom Niederschlag trennen.)



---

## **1.4 Aufschlußvorschriften für verschiedene Matrices**

### **1. Saurer Aufschluß mit Salpetersäure**

Einwaage: 250 mg

Aufschlußsäure: 5 ml Salpetersäure

In vielen Fällen genügt dieser Aufschluß, da häufig nur die in Salpetersäure löslichen Bestandteile von Interesse sind.

### **2. Klärschlamm:**

Einwaage: 250 mg

Aufschlußsäuremischung: 600 mg  $\text{NH}_4\text{F}$ ; 6 ml  $\text{HNO}_3$ ; 1 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$

Eine leichte Trübung stört die Bestimmung mit AAS oder ICP nicht.

### **3. Kunststoff:**

Elemente: Cd

Einwaage: 250 mg

Aufschlußsäuremischung: 5 ml  $\text{HNO}_3$ ; 2 ml  $\text{HCl}$

### **4. Bodenproben**

Einwaage: 250 mg

Aufschlußsäuremischung: 1000 mg  $\text{NH}_4\text{F}$ ; 4 ml  $\text{HNO}_3$ ; 2 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$

Eine leichte Trübung stört die Bestimmung mit AAS oder ICP nicht.

### **5. Papier**

Einwaage: 250 mg

Aufschlußsäuremischung: 500 mg  $\text{NH}_4\text{F}$ ; 6 ml  $\text{HNO}_3$

### **6. Tabak**

Einwaage: 250 mg

Aufschlußsäuremischung: 250 mg  $\text{NH}_4\text{F}$ ; 5 ml  $\text{HNO}_3$