

Arbeitsanweisung für den Königswasseraufschluß von Sedimentproben nach DIN 38 414-7 mit Hilfe des Behro-Test-Gerätes

Freie Universität Berlin, FB Geowissenschaften, FR Physische Geographie		
<u>Arbeitsbereich:</u>	AB Schuett	<u>Arbeitsplatz:</u> Raum B109
<u>Tätigkeit:</u>	Sedimentaufschluss mit Königswasser	

Gefahrstoffbezeichnung: Königswasser bestehend aus:
- Salpetersäure (HNO₃) 65%
- Salzsäure (HCl) 37%

- Einwaage von 0,5 bis max. 3,0 g gemahlene Sedimente, bzw. homogenisierte <20µm-Fraktion in die behro-Test-Aufschlußgefäße. Hierfür wird die gipsfreie Probe bei 105°C im Trockenschrank nachgetrocknet und nach dem Abkühlen im Exsikkator auf 0,0001 g gewogen. Wird das lufttrockene Sedimentmaterial zur Einwaage verwendet, muss in jedem Fall an einem parallelen, gipsfreien Probenanteil der aktuelle Wassergehalt (entsteht durch die aktuelle Luftfeuchtigkeit) bestimmt und die lufttrockene Einwaage entsprechend korrigiert werden.
- Zugabe von 21 ml konzentrierter HCl (Salzsäure 37%) und 7 ml konzentrierter HNO₃ (Salpetersäure 65%). Königswasser ist eine Mischung aus konz. HCl und konz. HNO₃ im Verhältnis 3:1 (Raumteile)
- Behro-Test-Rückflußkühler aufsetzen
- Behro-Test Absorptionsgefäße mit 10 ml 0,5 m HNO₃ füllen und auf die Rückflusskühler aufsetzen
- Bei stark carbonathaltigen Proben: Aufschlusslösung über Nacht stehen lassen
- Aufschlusslösung 130 min bei 120°C stehen lassen, Kühlwasser anstellen
- Nach dem Abkühlen den Inhalt der Absorptionsgefäße durch den Rückflusskühler in das Aufschlussgefäß überführen und mit bidest. H₂O spülen
- Rückflusskühler mit bidest. H₂O spülen
- Aufschlusslösung in 100 ml Messkolben überführen.
- ACHTUNG: Beim Spülen beachten, dass die 100 ml Eichmarke nicht überfüllt wird
- Anschließend Aufschlussgefäße und Rückflusskühler mit bidest. H₂O auf die 100 ml Eichmarke auffüllen und nach dem Verschließen mit einem Stopfen schütteln.
- Aufschlusslösung in 100 ml PE-Flaschen (säuregespült) filtrieren, Vorlauf verwerfen, d.h. in Glasgefäß sammeln und später der Entsorgungstonne zuführen.

- Nach Abschluß der Arbeiten Absorptionsgefäße und Rückfluss-Kühler mit dest. H₂O und anschließend mit bidest. H₂O nochmals gründlich spülen. Aufschlussgefäße reinigen, säurespülen und trocknen.
- Beim Arbeiten mit Säuren immer Schutzkittel, Handschuhe und Schutzbrille tragen.

Benötigte Chemikalien

Salpetersäure (65% z.A.), HNO₃

R-Satz 35

Verursacht schwere Verätzungen

S-Sätze 23-26-36

Dampf nicht einatmen. Bei Berührung mit den Augen gründlich (mindestens 10 min) mit Wasser abspülen und einen Arzt konsultieren. Bei der Arbeit geeignete Schutzkleidung tragen.



Salzsäure rauchend (37%), HCl

R-Satz 34-37

Verursacht Verätzungen. Reizt die Atemorgane.

S-Sätze 2-26

Darf nicht in die Hände von Kindern gelangen. Bei Berührung mit den Augen gründlich (mindestens 10 min) mit Wasser abspülen und einen Arzt konsultieren.



Weitere Bezüge: Betriebsanweisung Königswasser

Datum: 25.10.2006

Laborleitung: Dr. P. Hoelzmann