

WS 18/19

25.02.2019 – 01.03.2019

Bodenkundliches Laborpraktikum

**Beginn am 25.02.2019 um 9 Uhr mit einer kurzen
Einführung und anschließender Sicherheitsbelehrung**





Bitte Analysenvorschriften vor Beginn des Praktikums durchlesen!!

.aborpraktikum WS 2018/2019 LG2C

	25.02.2019	26.02.2019	27.02.2019	28.02.2019		01.03.2019	
	Einführung 9:00 R119 LG 2C	ganztägig	ganztägig	vormittags	nachmittags	vormittags	nachmittags
KAK ; HW-Extrakt	1	3	2				
pedogene Oxide	2	1	3				
DA; pH; EC; Glühverlust	3	2	1				
zw. 11:30 und 13:30	Mittagessen						
ICP-Messung				3	2	1	Abschlußbesprechung
CNS; Scheibler				1	3	2	
TOC				2	1	3	

ANLAGE ZUM SKRIPT „BODENKUNDLICHESLABORPRAKTIKUM“WS 2017/2018
--

Auswertung und Protokoll

Darstellung der Messergebnisse je Versuch in Tabellenform und Grafik

Einzelwerte aller Messungen (inkl. Blindwert und Laborstandard), Mittelwerte und Standardabweichung der Parallelproben. Diskutieren Sie dabei auch Abweichungen bzw. Schwankungen zwischen den Parallelproben, Blindwerte und mögliche Fehlerquellen.

Zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse für das jeweils untersuchte Bodenprofil

inkl. Angaben über Bodentyp, Ausgangssubstrat, Horizontfolge und -mächtigkeit sowie der abgeleiteten Ergebnisse.

Diskussion der Ergebnisse für das bearbeitete Bodenprofil

inkl. Vergleich, Diskussion und Einordnung der Ergebnisse anhand von Werten aus der Literatur, Vergleich der Laborstandardergebnisse und Diskussion möglicher Fehlerquellen.

z.B.

pH-Werte

Diskussion der Unterschiede zwischen pH in Wasser und in CaCl_2 unter Berücksichtigung der Ergebnisse der Austauscherbelegung;

CNS

C/N Verhältnisse

usw.

Welche Bewertungen lassen sich aus den Praktikumsergebnissen ableiten

ABGABE DER GRUPPENPROTOKOLLE BIS SPÄTESTENS:

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Laborordnung	07
1. Bestimmung des pH-Wertes	14
2. Bestimmung des Glühverlustes	19
3. Pedogene Oxide	21
4. Druckaufschluss im Aufschlussautoklaven	26
5. Heißwasserextrakt	29
6. Bestimmung der effektiven Austauschkapazität nach Mehlich	31
7. Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung nach Köhn	37
8. Carbonatbestimmung nach Scheibler	47
9. Simultanbestimmung C, N und S	52
10. Gerätebeschreibung - ICP-Atomemissions-Spektrometrie - (ICP-AES)	56
neue Piktogramme, GHS Gefahrenklassen	66
verschiedene Anlagen	

Bodenkundliches Laborpraktikum

Im Rahmen des bodenkundlichen Laborpraktikums sollen grundlegende bodenkundliche Labormethoden erlernt sowie die ermittelten Daten ausgewertet und interpretiert werden.

Aus organisatorischen Gründen wurden einige Untersuchungsmethoden modifiziert und vereinfacht, so dass sich Abweichungen zwischen DIN- und Standardmethoden ergeben. Das vorliegende Praktikumsscript ist deshalb nur für das bodenkundliche Laborpraktikum im Fachgebiet für Bodenschutz und Rekultivierung bestimmt und darf nicht als bodenkundliche Standardmethodensammlung missverstanden werden.

Vorbereitung der Bodenproben für die Analysen

Für die chemischen und physikalischen Analysen während des Praktikums wird lufttrockener Feinboden (2mm gesiebt) verwendet. Bei anderen Fragestellungen ist eine andere Probenvorbereitung (z.B. Nmin an feuchten Proben – feldfrisch oder spezielle Probenahme bei Schwermetallbestimmung) erforderlich, deshalb sollte man sich vor Beginn der Probenahme über die geplanten Analysen klar sein.

Während des Praktikums werden jeweils 3 Horizonte von 3 unterschiedlichen Profilen (siehe Anlage) analysiert. Für die Bestimmung von Gesamtgehalten ist eine feinstgemahlene Probe notwendig, dafür wird die Feinerde mit Hilfe eines Mörsers oder einer Kugelmühle gemahlen. Auch hier ist zu beachten, dass für die Bestimmung von Spurenstoffen bzw. Schwermetalle Kontaminationen zu vermeiden sind.

Vor Einwaage die Probe gut homogenisieren.

Die ermittelten Daten müssen für die untersuchten Proben repräsentativ sein, d.h. es müssen mind. 2 Parallelproben, 1 Laborstandard (bekannte Konzentration) und 1 Reagenzienblindwert analysiert werden, um Ausreißer zu ermitteln.

ALLGEMEINE BETRIEBSANWEISUNG

(nach §14 der Gefahrstoffverordnung)

Laborordnung Lehrstuhl Bodenschutz und Rekultivierung / Fakultät 2 - BTU Cottbus-Senftenberg

Diese ALLGEMEINE LABORORDNUNG legt grundsätzliche Verhaltensweisen fest, gibt Hinweise auf besondere Gefährdungen und regelt den Umgang mit Gefahrstoffen im Labor des Lehrstuhls Bodenschutz und Rekultivierung der BTU Cottbus LG 2C. Sie ist verbindlich und muss allen Beschäftigten bekannt sein und leicht zugänglich aufbewahrt werden. Die Beschäftigten haben die einzelnen Vorgaben strikt zu beachten und einzuhalten.

Darüber hinaus sind insbesondere folgende Schriften für das Arbeiten im Labor verbindlich und zu beachten:

- ❖ **Sicheres Arbeiten in Laboratorien (Grundlagen und Handlungshilfen) BGI/GUV-I 850-0 Dezember 2008**
- ❖ **Einzelbetriebsanweisungen und/oder Sicherheitsdatenblätter**
- ❖ **Spezielle Betriebsanweisungen für Geräte und Verfahren**
- ❖ **Neue GHS-Gefahrenklassen und Piktogramme**
- ❖ **Allgemeine Hinweise für das Arbeiten in den Labors des LS Bodenschutz und Rekultivierung**

Die aktuellen Sicherheitsdatenblätter sowie Chemikalienliste, Entsorgungshinweise u. dgl. befinden sich in der **Laborsicherheitsmappe**, die zur Einsichtnahme im Labor 001 LG 2C ausliegt.

Desweiteren befindet sich in der Mappe die CD „LABORLEITER“ mit hilfreichen Tipps, Regeln und Gesetzen.

Grundsätzlich dürfen die Arbeiten in den Laboratorien des Lehrstuhls Bodenschutz und Rekultivierung nur von Angehörigen des Lehrstuhls durchgeführt werden.



Werdenden und stillenden Müttern ist das Arbeiten im Labor untersagt.



Unbefugten ist der Aufenthalt in den Laboratorien nicht gestattet.

1. Grundregeln

Das Essen, Trinken (gilt nicht für Schreibtischarbeitsplätze) und Rauchen im Labor ist untersagt. Lebensmittel dürfen nicht im Labor oder zusammen mit Chemikalien in einem Kühlschrank aufbewahrt werden. Speisen und Getränke dürfen nicht im Trockenschrank oder anderen Laboröfen erwärmt werden.

Für **Ordnung** und **Sauberkeit** am Arbeitsplatz hat jeder Benutzer selbst Sorge zu tragen.

Verkehrs- und Rettungswege sind frei zu halten. Das Abstellen von Gegenständen aller Art ist verboten. **Brandschutztüren** sind geschlossen zu halten. Der Selbstschließmechanismus darf nicht blockiert werden.

Duschen

Augen- und Körperduschen (30l/min) befinden sich im Eingangsbereich des Laborraums und sind monatlich zu prüfen. Die Prüfungen sind in eine Liste einzutragen. (Verantwortlich: R. Müller)

Abzüge

Abzüge in den Laboren sollen verhindern, dass gefährliche Stoffe beim Arbeiten in die Atemluft gelangen und den Benutzer gegen Verspritzen von gefährlichen Stoffen oder herumfliegenden Glassplittern schützen. Der Kopf des Benutzers soll immer im Schutz der Scheibe bleiben

Die Frontschieber der Abzüge sind bei Nichtgebrauch zu schließen; die Funktionsfähigkeit der Abzüge ist durch Anbringen eines Papierstreifens oder Wollfadens zu kontrollieren.

Während der Abschaltzeiten dürfen Geräte, die einen Abzug (z.B. AAS, ICP, GFAAS, Muffelofen) benötigen nicht bedient werden.

Mediennotabsperrvorrichtungen

Jeder Mitarbeiter hat sich über die Mediennotabsperrvorrichtungen (Gas, Wasser, Strom) zu informieren. Eingriffe. Alle Mediennotabsperrvorrichtungen dürfen weder verstellt noch verhängt werden. Sie sind gut erkennbar und frei zugänglich zu halten. Alle Beschäftigten müssen die Standorte der Notfalleinrichtungen kennen und über ihre Funktion unterrichtet sein.

Eingriffe in die Absperrvorrichtungen sollten sich auf Notfälle beschränken. Betroffene Verbraucher sind zu warnen. Feuerlöscher (Flur: gegenüber Raum 001, Eingangstür, Raum 009; Raum 121 EG neben der Eingangstür) müssen nach jeder Benutzung (auch nur bei beschädigter Plombe) zur Wiederbefüllung bei den entsprechenden Stellen abgegeben werden.

Jede Inanspruchnahme des Erste - Hilfe -Kastens ist umgehend Frau Dr. Badorrek oder Herrn Henning zu melden.

Kleidung, Mitführen von Werkzeugen und Gegenständen, Tragen von Schmuckstücken

Im Labor ist zweckmäßige Kleidung (z.B. Laborkittel) zu tragen, deren Gewebe aufgrund des Brenn- und Schmelzverhaltens keine erhöhte Gefährdung im Brandfall erwarten läßt. Es ist notwendig, dass die unter der Schutzkleidung getragene Kleidung auch aus nicht schmelzenden Textilien besteht. Die Kleidung soll Arme und Körper ausreichend bedecken.

Es darf nur festes, geschlossenes und trittsicheres Schuhwerk getragen werden.

Ablage von Straßenkleidung ist im Labor nicht zulässig. Kleidung kann in den Köttermannschränken im Flur EG und in Raum 001 eingeschlossen werden.

Scharfe und spitze Werkzeuge oder andere gefahrbringende Gegenstände dürfen in der Kleidung nur getragen werden, wenn Schutzmaßnahmen eine Gefährdung während des Tragens ausschließen.

Schmuckstücke, Armbanduhren oder ähnliche Gegenstände dürfen beim Arbeiten nicht getragen werden, wenn sie zu einer Gefährdung führen können.

Handschuhe

Bei Tätigkeiten, die mit besonderen Gefahren für die Hände verbunden sind, müssen geeignete Schutzhandschuhe getragen werden. Diese müssen entsprechend ihrem Verwendungszweck ausgewählt werden und vor jeder Benutzung auf Beschädigung kontrolliert werden. (Nr.7 TRGS401)

Schutzbrille:

Im Labor ist ständig eine Schutzbrille zu tragen. Brillenträger benötigen eine Überbrille über der Korrekturbrille.

2. Gefährliche Arbeiten § 8 GUV-V A1

Definition

Gefährliche Arbeiten sind z.B. solche, bei denen eine erhöhte oder besondere Gefährdung aus dem Arbeitsverfahren, der Art der Tätigkeit, den verwendeten Stoffen sowie aus der Umgebung gegeben sein kann.

Eine erhöhte Gefährdung kann z.B. durch mechanische, elektrische, chemische, biologische, thermische Gefahren oder durch Strahlungsenergie gegeben sein.

Zu gefährlichen Arbeiten gehören z. B. Druckaufschluss, Arbeiten mit Säure, Arbeiten mit Unterdruckanlagen.

Wenn eine gefährliche Arbeit von mehreren Personen gemeinschaftlich ausgeführt wird und sie zur Vermeidung von Gefahren eine gegenseitige Verständigung erfordert, hat der Laborleiter dafür zu sorgen, dass eine zuverlässige, mit der Arbeit vertraute Person die Aufsicht führt.

Grundsätzlich sollte eine „gefährliche Arbeit“ nicht von einer Person allein ausgeführt werden. Es kann jedoch aus betrieblichen Gegebenheiten notwendig sein, ausnahmsweise eine Person allein mit einer „gefährlichen Arbeit“ zu beauftragen. Solche Arbeiten dürfen nur geeigneten und dem Lehrstuhllabor zugeordneten Personen, denen die damit verbundenen Gefahren bekannt sind, übertragen werden. Die Zuordnung hat schriftlich durch die Laborleitung zu erfolgen.

Wird eine gefährliche Arbeit von einer Person allein ausgeführt, so hat die Laborleitung eine Überwachung sicherzustellen insbesondere hat er dafür zu sorgen, dass

- ❖ sich die allein arbeitende Person bei Durchführung der Arbeiten in Sichtweite von anderen Personen befindet oder
- ❖ die allein arbeitende Person durch Kontrollgänge in kurzen Abständen beaufsichtigt wird oder
- ❖ ein zeitlich abgestimmtes Meldesystem eingerichtet wird, durch das ein vereinbarter, in bestimmten Zeitabständen zu wiederholender Anruf erfolgt oder

- ❖ von der allein arbeitenden Person ein Hilfsgerät (Signalgeber) getragen wird, das drahtlos, automatisch und willensunabhängig Alarm auslöst, wenn es eine bestimmte Zeitdauer in einer definierten Lage verbleibt (Zwangshaltung der Person). (z.B. BGR139)

Überwachung und Sicherung (GUV-1 4.3.5)

Beschäftigte dürfen ausser in Notfällen ihren Arbeitsplatz nur dann verlassen, wenn eine dauernde Überwachung ihrer Versuche nicht erforderlich ist oder eine andere Person, die über die notwendigen Kenntnisse und Fähigkeiten verfügt, die Überwachung übernimmt.

3. Umgang mit Gefahrstoffen

Der Umgang mit Stoffen, deren Ungefährlichkeit nicht zweifelsfrei feststeht, hat so zu erfolgen wie der mit Gefahrstoffen.

Die Laborbeschäftigten sind vor der Benutzung jeweils auf die besonderen Gefahren der Stoffe hinzuweisen. Die in den Sicherheitsratschlägen (S-/P-Sätzen) und in speziellen Betriebsanweisungen vorgegebenen Körperschutzmittel (z.B. Gesichtsschutz, Schutzbrille, Schutzhandschuhe, Handsalben) müssen vorhanden sein und auch benutzt werden.

Gefahrstoffe sind Stoffe oder Zubereitungen, die

explosionsgefährlich (E)	ätzend (C)
sehr giftig (T+)	entzündlich reizend (Xi)
brandfördernd (O)	krebserzeugend (T) o. Verdacht (Xn)
giftig (T)	leichtentzündlich (F)
hochentzündlich (F+)	sensibilisierend (Xn o. Xi)
gesundheitsschädlich (Xn)	umweltgefährlich (N)
fortpflanzungsgefährdend (T) o. Verdacht (Xn)	erbgutverändernd (T) o. Verdacht (Xn)

sind oder aus denen bei der Verwendung entsprechende Stoffe entstehen oder freigesetzt werden können. Gefährliches biologisches Material aus der Bio- und Gentechnik sowie Material, das Krankheitserreger übertragen kann, zählt ebenfalls zu den Gefahrenstoffen. Gefahrstoffe können einer oder mehreren der in Tab.1 aufgeführten Gruppen angehören.

Beim Umgang mit gasförmigen, flüssigen oder festen Gefahrstoffen sowie mit solchen, die als Stäube auftreten, sind besondere Verhaltensregeln und die Einhaltung von bestimmten Schutzvorrichtungen zu beachten.

Aufbewahrung und Kennzeichnung von Gefahrstoffen im Labor

Das Einatmen von Dämpfen und Stäuben sowie der Kontakt von Gefahrstoffen mit Haut und Augen sind zu vermeiden. Beim Umgang mit Gefahrenstoffen ist grundsätzlich im Abzug zu arbeiten.

Sämtliche Gefäße, auch die für Abfälle, sind mit Datum, Namen (gegebenenfalls der Konzentration) des Stoffes und dem GHS-Piktogramm (siehe Anlage 1) zu kennzeichnen, bei Zubereitungen zusätzlich mit dem Namen des Herstellers, Datum der Zubereitung sowie die Nummern der R/H- und S/P-Sätze.

Das **Lagern** von Gefahrstoffen in den Laboren ist **verboten**. In den Laboren darf nur die Menge an Gefahrstoffen vorhanden sein, die für den Fortgang der Arbeit notwendig ist. Gefahrstoffe dürfen nicht in Behältnissen aufbewahrt werden, die zur Verwechslung mit Lebensmitteln führen können. Das Behältnismaterial muss für die Aufbewahrung des betreffenden Stoffes geeignet sein und das Gefäß darf nicht über Kopfhöhe aufbewahrt werden..

Brennbare Flüssigkeiten für den **Handgebrauch** dürfen nicht in Behältnissen über 1 Liter Fassungsvermögen aufbewahrt werden. Falls für den Fortgang der Arbeit größere Mengen unbedingt notwendig sind, sind diese in einem Sicherheitsschrank aufzubewahren.

Brennbare Flüssigkeiten dürfen nicht in Normal-**Kühlschränke** (einschließlich Tiefkühlschränken und -truhen) aufbewahrt werden. Bei umgerüsteten Kühlschränken ist der Innenraum explosionsgeschützt und sie sind mit einem blauen Hinweisschild gekennzeichnet.

Sehr giftige und giftige Stoffe sind von Sachkundigen unter Verschuß zu halten.

Auch unter Verschuß aufbewahrt werden müssen Stoffe mit folgenden Gefahrenhinweisen:

- ❖ R45 kann Krebs erzeugen
- ❖ R49 kann Krebs erzeugen beim Einatmen
- ❖ R46 kann vererbare Schäden verursachen
- ❖ R60 kann die Fortpflanzungsfähigkeit beeinträchtigen
- ❖ R61 kann das Kind im Mutterleib schädigen
- ❖ R64 kann Säuglinge über die Muttermilch schädigen und/oder mit dem

Sicherheitshinweis:

- ❖ S53 Exposition vermeiden, vor Gebrauch besondere Anweisung einholen.

4. Abfallentsorgung

Die experimentellen Arbeiten sind so durchzuführen, dass möglichst geringe Mengen Abfälle entstehen.

Nicht weiterverwendbare Reststoffe, die aufgrund ihrer Eigenschaften als Sonderabfall einzustufen sind, müssen gemäß den Richtlinien entsorgt werden. Informationen dazu erteilt Frau Müller.

Auch anfallende Reststoffe/-boden müssen in den dafür vorgesehenen Behältern gesammelt und nach Beendigung der Arbeiten selbstständig und vorschriftsmässig entsorgt werden.

Jeder ist für seine anfallenden Reststoffe selbstverantwortlich!!!!

Säuren und Laugen sind in entsprechenden Gefässen zu sammeln und zu neutralisieren. Hinweise dazu erteilt das Laborpersonal.

Lösungsmittelabfälle sind in verschließbaren Gefahrstoffboxen (Raum 005) zu sammeln.

5. Verhalten in Gefahrensituationen

Personenschutz geht vor Sachschutz.

Bei allen Hilfeleistungen auf die eigene Sicherheit achten!

Grundsätze der Ersten - Hilfe - Leistung

- ❖ Ruhe bewahren und überstürztes, unüberlegtes Handeln vermeiden!
- ❖ Medienabsperungen (roter Notausschalter) bedienen.
- ❖ **Notruf** auslösen, **Tel.: 0-112**
- ❖ Gefährdete Personen warnen, ggf. Personen aus dem Gefahrenbereich bergen und notfalls an die frische Luft bringen, zum Verlassen der Räume auffordern
- ❖ Bis zum Eintreffen der Feuerwehr ist der Brand mit den vorhandenen Feuerlöschern zu bekämpfen, sofern dies gefahrlos möglich ist.
- ❖ Veranlassen, dass Einsatzfahrzeuge der Feuerwehr auf der Straße erwartet und eingewiesen werden.
- ❖ Alle nicht an Lösch- oder Rettungsmaßnahmen beteiligten Personen haben den Gefahrenbereich zu verlassen.
- ❖ Fenster und Türen sind geschlossen zu halten.
- ❖ Aufzüge dürfen nicht benutzt werden.
- ❖ Kleiderbrände sind mit Feuerlöschern oder Notduschen zu löschen, bzw. mit Löschdecken zu ersticken, mit Chemikalien verschmutzte Kleidung vorher entfernen.
- ❖ Blutungen stillen, Verbände anlegen, dabei Einmalhandschuhe benutzen.
- ❖ Verletzte Personen nicht allein lassen.
- ❖ Laborleitung, Assistent und/oder Lehrstuhlinhaber benachrichtigen (Rufnummern neben dem Telefon).

Bei Unfällen mit Gefahrstoffen, die Langzeitschäden auslösen können oder die zu Unwohlsein oder Hautreaktionen geführt haben, ist ein Arzt aufzusuchen. Die Labor- bzw. Praktikumsleitung ist zu informieren. Eine Unfallmeldung ist möglichst schnell an den Sicherheitsingenieur zu geben.

7. Notrufe

Feuerwehr (mit Amtsberechtigung)/Notruf	0-112
Polizei (mit Amtsberechtigung)/Notruf	0-110
<u>Notrufe der BTU</u>	
Sicherheitsingenieur Hr. Petsching	2153
Betriebsarzt Fr. Schupp	0-7809614
Sonderabfall/Strahlenquellen Fr. Mischke	2736
Störungen/Havarien Hr. Bulkow	3565
Wachschutz	4444
<u>Laborleitung:</u>	
Fr. Franke	4231 o. 3310 oder 0176-71200575
Prof. Dr. Schaaf	4240

Allgemeine Hinweise für das Arbeiten in den Labors des LS Bodenschutz und Rekultivierung:

- Die ermittelten Daten müssen für die untersuchten Proben repräsentativ sein, d.h. es müssen mind. 2 Parallelproben, 1 Laborstandard (bekannte Konzentration) und 1 Reagenzienblindwert analysiert werden, um Ausreißer zu ermitteln.
- Das Arbeiten im Labor erfordert höchste Sauberkeit. Da häufig mit aggressiven und ätzenden Stoffen gearbeitet wird, sind Verschmutzungen, insbesondere an Geräten, sofort zu entfernen. Geräte und Arbeitsplätze müssen in sauberen Zustand hinterlassen werden. Weist ein Gerät bzw. Arbeitsplatz schon vor der Benutzung Verschmutzungen oder sonstige Mängel auf, so ist das dem zuständigen Betreuer zu melden. Die Mängel sind vor weiterer Benutzung zu beseitigen, damit der Schaden nicht noch größer wird.
- Geräte dürfen erstmalig nur nach Einweisung durch den zuständigen Betreuer in Betrieb genommen werden.
- Alle Geräte sollen grundsätzlich an ihrem ursprünglichen Standort verbleiben. Lässt sich eine Umsetzung nicht vermeiden, so ist dies mit dem Betreuer abzusprechen.
- Laborglasgefäße und Plastikgefäße sind pfleglich zu behandeln. Nach Gebrauch ist der Inhalt (auf Sonderabfall achten!!!) zu entleeren und das Gefäß vorzuspülen. Keinesfalls dürfen Bodenreste in den Gefäßen verbleiben (im Behälter für Bodenabfälle entsorgen). Etiketten müssen entfernt werden.
- Lösungen dürfen nicht längere Zeit in Meßkolben aufbewahrt werden. Gefäße sind genau mit Inhalt, Datum und Namen des Benutzers zu kennzeichnen.
- Dispenser sind nach Gebrauch mit Salzlösungen sofort und besonders sorgfältig zu reinigen, da Salzkristalle die Teflonbeschichtung beschädigen können. Transferpetten nur stehend aufbewahren.
- Chemikalien sind nach Gebrauch ins Chemikalienlager zurückzustellen

1. Bestimmung pH-Wert

Regina.Müller

Allgemeines und Prinzip der Methode

Der pH -Wert ist der negative dekadische Logarithmus der H-Ionen-Konzentration. So entspricht z. B. pH- Werten von 7 und 6 eine H-Ionen-Konzentration von 10^{-7} und 10^{-6} g H⁺/l, also der Unterschied um 1 bzw. 2 pH-Einheit entspricht einem Faktor von 10 bzw. 100.

Je größer der pH-Wert ist, umso niedriger ist die H⁺- Konzentration und umgekehrt. Bei einem pH-Wert von <7 ist die Lösung sauer, bei >7 ist sie basisch.

Der pH-Wert ist eine wichtige Kenngrösse des Bodens. Der pH-Wert kann folgende Faktoren beeinflussen:

- die chemische Verwitterung mineralischer Bodenpartikel
- das Bodengefüge
- den Wasser- und Lufthaushalt des Bodens
- die Verfügbarkeit an Pflanzennährstoffen
- die Aktivitäten der Mikroorganismen
- die Mobilität von giftigen Schwermetallen- und Aluminiumionen

Wie die Abb. 2 zeigt, kann der Bereich zwischen 5 und 7.3 als Optimalbereich angesehen werden. Je breiter das Band in der Abbildung, desto intensiver ist der Vorgang bzw. Verfügbarkeit der Elemente.

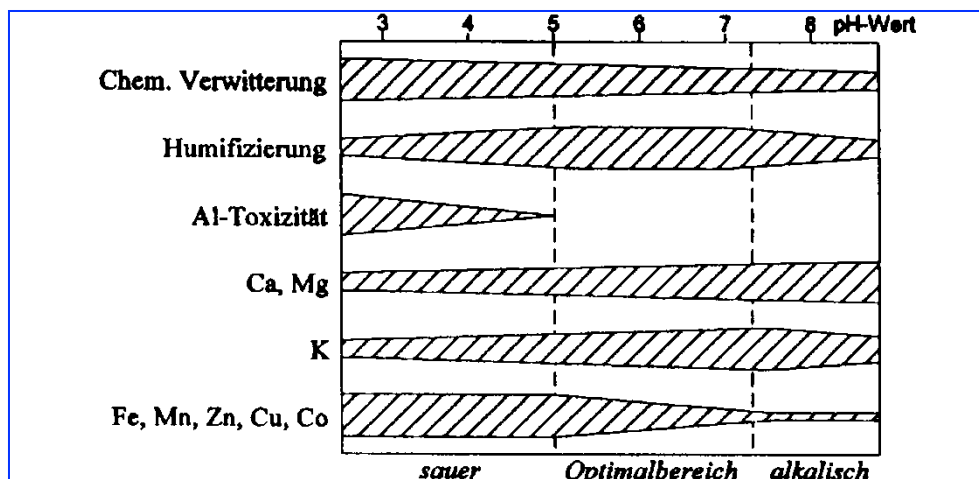


Abb.2 Beziehungen zwischen dem pH-Wert und verschiedenen ökologischen und pedogenetischen Faktoren (Schroeder 1984)

Der pH - Wert stellt ein Intensitätsmass der Bodenazidität dar. Da der pH-Wert des Bodens nur in Lösung bestimmt werden kann, muss zunächst eine Bodensuspension hergestellt werden. Wobei ein konstantes Verhältnis Boden/Suspensionsmittel einzuhalten ist, da sich der pH-Wert durch unterschiedliche Verdünnungen ändert. Es ist in Mineralböden konventionell auf **1+2.5** (1 Gewichtsteil Boden + 2.5 Volumenteile Suspensionsmittel) und in Auflagen auf **1+5** (teilweise bei organischem Material auch 1 + 10) festgelegt.

Der pH-Wert wird entweder in einer Bodensuspension mit dest. Wasser oder mit einer Salzlösung (meist 0.01 M CaCl_2 , 1 M KCl oder 0.1 M KCl) gemessen.

Mit der Salzlösung wird eine Bodenlösung simuliert, wie sie in natürlichen Boden vorkommt. Bei der Auswahl der Salzlösungen sollte man sich nach dem dominanten Kation (z.B. Ca oder K) richten.

Mit der CaCl_2 -Lösung wird z.B. eine Bodenlösung simuliert, wie sie ähnlich in landwirtschaftlich genutzten Böden des gemässigt-humiden Bereichs vorherrscht.

Mit der KCl-Lösung wird eine Bodenlösung simuliert, wie sie in sauren Waldböden vorkommt.

Dagegen wird in sehr sauren sowie stark verwitterten Böden (z.B. in den Tropen), die ärmer an Salzen und besonders an Ca und K sind in dest. Wasser gemessen.

Die in Salzlösung gemessenen Werte liegen meist 0.2 bis 1.0 pH-Einheiten niedriger als die pH-Werte in dest. Wasser. Dies beruht darauf, dass H^+ - und Al^{3+} -Ionen durch Ca^{2+} bzw. K^+ ausgetauscht werden.

Die Salzlösung verhindert überdies den sog. Suspensionseffekt. Er äussert sich darin, dass der pH-Wert beim Eintauchen der Glaselektrode in die Bodensuspension durch Diffusionspotentiale an der Vergleichselektrode etwas tiefer liegt als in der klaren, überstehenden Lösung.

Die pH-Werte in Bodensuspensionen mit 0.01 M CaCl_2 -Lösung können verfälscht werden, wenn CO_2 -haltiges Wasser zur Herstellung der Lösung benützt wurde. Es empfiehlt sich zu überprüfen,

ob sich diese Beobachtung im jeweiligen Labor bestätigt und das Wasser ggf. vor Gebrauch auszukochen und die Lösung unter Natronkalk aufzubewahren ist. Es empfiehlt sich, eine Vorratslösung in molarer Konzentration herzustellen und daraus den Tagesbedarf durch Verdünnen zu bereiten.

Die bei konstanter Salzkonzentration gemessenen pH-Werte bringen jahreszeitliche und andere Schwankungen des pH-Wertes im Feld weniger zum Ausdruck.

Methoden:

a. Kolorimetrische Verfahren

Einer Bodensuspension werden Farbindikatoren zugesetzt oder es wird ein Indikatorpapier eingetaucht. Dabei handelt es sich um org. Substanzen mit pH-Wert-abhängiger Ladung, die beim Ladungswechsel eine Farbreaktion zeigen. Diese Methode liefert nur Näherungswerte!

b. Potentiometrische Verfahren (wird im Praktikum angewendet):

In die Bodensuspension werden zwei Elektroden eingetaucht, die nach dem Prinzip der galvanischen Zelle über eine Elektrolytbrücke und ein Diaphragma miteinander verbunden sind (=Messkette). Im Falle der folgenden pH-Messung besteht die Messkette aus einer Glaselektrode und einer Referenzelektrode, die zu einer Einheit (=Einstabmesskette) zusammengefasst sind.

Die Bestimmung erfolgt mit einer Einstabmesskette, mit der der gesamte Bereich (pH 0 bis 14) gemessen werden kann (Abb.1).

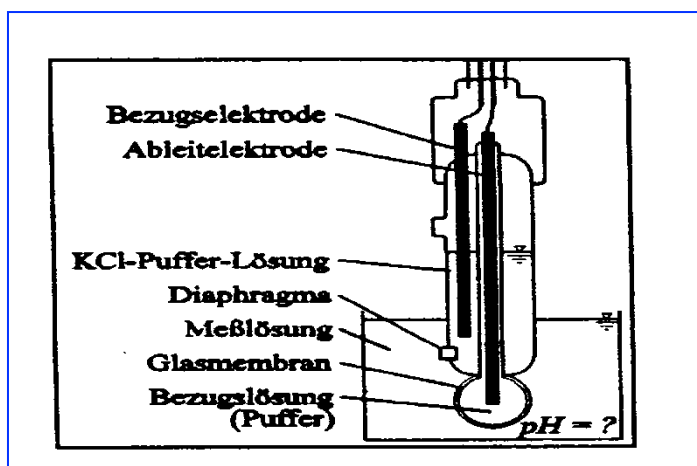


Abb.1 Aufbau einer Einstabmesskette (nach Sontheimer 1980)

Das Prinzip der Glaselektrode besteht darin, dass man eine auf pH 7 gepufferte und von einer Glasmembran eingeschlossene Lösung (=Innenpuffer) in die Messlösung taucht. Sind die H^+ -Ionenkonzentrationen des Innenpuffers und der Messlösung unterschiedlich, so bildet sich an der

Glasmembran ein elektrisches Potential zwischen den Phasengrenzen Glasmenbran/Innen-lösung und Glasmenbran/Aussenlösung aus.

Da das Potential der Bezugselektrode konstant ist (Ag/AgCl-Elektrode in 3 M KCl), entspricht eine Änderung der Potentialdifferenz der Änderung des pH-Wertes.

Chemikalien und Geräte

Suspensionslösungen

- Calciumchloridlösung , $c=0.01 \text{ mol/l}$

Pufferlösung pH: 4 und 7 bei 20°C

Geräte

- Waage: Oberschalenwaage mit 2 Nachkommastellen
- 100 oder 50 ml Weithals-PE-Flaschen (oder ähnliche Probengefäße)
- Dosiergerät für 25 ml bzw. 50 ml
- Elektrometrisches pH-Meter mit Einstabmesskette
- Elektrodenhalter

Durchführung der Methode

- 20 g Feinerde (<2mm) in 100 ml PE-Flaschen einwiegen
- + 50 ml VE-Wasser bzw. 0.01 M CaCl_2
- 5 min kräftig schütteln (Rundschüttler 5min 2800 U/min)
- 1 h stehen lassen
- Im klaren Überstand pH-Wert messen

pH-Werte mit 2 Nachkommastellen angeben, auch Art und Konzentration der Suspensionslösung.

Eichung des pH-Messgerätes

Das Gerät vor der Inbetriebnahme nach der Vorschrift des Herstellers (Beckmann) mit Standardpuffer pH 4 und pH 7 eichen (siehe Anlage 1).

(Reihenfolge der Standardpuffer beachten bei verschiedenen Herstellern unterschiedlich!)

Eichung so oft wiederholen bis gewünschter pH-Wert nicht mehr abweicht.

Einstellung während der Serienmessung alle 10 Proben überprüfen.

I. SETUP			
1 STD 1 STD 2 Prepare buffers (e.g., pH 4 and 7).	2 SAMPLE Prepare sample.	3 H₂O OR H₂O Prepare deionized or distilled water for electrode rinse.	
4 ATC pH/mV REF Connect electrodes to instrument. (1) Omit reference if combination electrode is used. (2) ATC optional.	5 Turn on and clear instrument.	6 Display will read:	
II. STANDARDIZE			
1 Rinse electrode(s). Blot excess.	2 STD 1 Immerse electrode(s) in STD 1. Stir briefly.	3 Press pH, then STD.	4 After stops flashing, display will read pH of STD 1. ATC
5 Rinse electrode(s). Blot excess.	6 STD 2 Immerse electrode(s) in STD 2. Stir briefly.	7 Press STD.	8 After stops flashing, display will read pH of STD 2. ATC
III. MEASURE pH			
1 Rinse electrode(s). Blot excess.	2 SAMPLE Immerse electrode(s) in sample. Stir briefly.	3 Press pH.	4 After stops flashing, display will read pH of sample. ATC

Anlage 1 Gerätekalibration

Literatur

Bodenkundliches Praktikum - Schlichting, Blume, Stahr - 2., neubearbeitete Auflage

Lehrbuch der Bodenkunde - Scheffer/Schachtschabel - 13., durchgesehene Auflage

Methodenbuch Band I - Die Untersuchung von Böden - VDLUFA Verlag

ISO 10390: Bestimmung des pH-Werte

DIN 38 414: Bestimmung des pH-Wertes in Schlamm und Sedimenten

2. Bestimmung des Glühverlustes (GV)

Regina Müller, Denis Henning

Allgemeines und Prinzip der Methode:

Der Humusgehalt kann über den Glühverlust ermittelt werden. Die organische Substanz des Bodens wird bei 430°Grad durch Glühen zu CO₂/CO oxidiert und entweicht gasförmig, der mineralische Rest bleibt zurück. Der Gewichtsverlust wird bestimmt und ist ein direktes Maß für den Humusgehalt.

Neben dem organisch gebundenen Kohlenstoff liegt in vielen Böden ein weiterer Teil in anorganischer Form als Carbonat vor. CaCO₃ besteht zu 12% aus C. Bei der Verbrennung von carbonathaltigen Proben kann es deshalb zu einer Fehleinschätzung des C_{org} – Gehaltes kommen, da aus dem CaCO₃ ebenfalls C als CO₂ freigesetzt wird.

Zur Ermittlung des C_{org} – Gehaltes von kalkhaltigen Böden muss daher der Carbonatgehalt des Bodens vom Gesamt – C – Gehalt abgezogen werden. ($\% \text{ CaCO}_3 \times 0,12 = \% \text{ C im Carbonat}$).

Ca. 58% der org. Substanz stellen den konventionellen Kohlenstoff dar, so dass vom ermittelten Gehalt an organischer Substanz mit Hilfe des sich ergebenden Faktor (1,724) der Kohlenstoff ermittelt werden kann.

Geräte:

- Porzellantiegel
- Trockenschrank
- Analysenwaage
- Muffelofen

Durchführung der Methode:

- ca 5 g lufttrockene Feinerde in gewichtskonstant geglühte, beschriftete und gewogene Porzellantiegel (LG) einwiegen
- bei 105 °C im Trockenschrank über Nacht oder bis zur Gewichtskonstanz (Kontrollwägung jeweils nach 1h) trocknen
- im Exsikator abkühlen lassen und anschließend wiegen (= TG siehe Anlage1)
- im Muffelofen bei 430°C über Nacht oder bis zur Gewichtskonstanz glühen
- im Exsikator abkühlen lassen und anschließend wiegen (GG)

Berechnung der Ergebnisse:

$$\% \text{ Glühverlust} = ((\text{TG}-\text{GG}):(\text{TG}-\text{LG}))*100$$

$$\% \text{ Kohlenstoffgehalt} = \text{Glühverlust \%} / \text{Faktor (1,724)}$$

Darstellung:

Man kann die Glühverluste oder ihre Komplementärwerte, die Aschegehalte, darstellen. Letzteres ist dann sinnvoll, wenn die Probe überwiegend aus organischer Substanz besteht.

Methodische Fehlerquellen:

Beim Glühen bis 430°C wird unterstellt, dass nur organische Bestandteile gasförmig entweichen. Dies trifft nicht für Proben mit höheren Gips-, Ton- und Sesquioxidgehalten zu, da diese Minerale Kristallwasser abgeben. Verglühen bei 550°C, wie in früheren Arbeiten oder auch in der DIN 19684, T3 beschrieben wird, würde diesen Fehler noch erhöhen. Der Fehler, der beim Verglühen mit 430°C entsteht, weil nicht alle Humusbestandteile in den Glühverlust mit eingehen, ist dagegen gering, da diese Elemente mengenmäßig keine Rolle spielen.

Literatur

Bodenkundliches Praktikum - Schlichting, Blume, Stahr, 2., neubearbeitete Auflage

Lehrbuch der Bodenkunde - Scheffer, Schachtschabel

BZE Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald

DIN 19684, T3

Bodenkundliches Praktikum (A. Koj)

3. Bestimmung pedogener Oxide

Denis Henning

Allgemeines:

Unter pedogenen (bzw. mobilen) Oxiden werden Fe-, Mn-, Al- und Si-Oxide (bzw. Hydroxide und Oxihydrate) verstanden, die nur in Böden und Sedimentgesteinen, nicht aber in Magmatiten oder hochmetamorphen Gesteinen auftreten (Schlichting et al. 1995). Unter den pedogenen Oxiden werden die Oxidformen, die leicht mobilisiert werden können, aktive Fe-Oxide genannt. Die Eisenoxide entstehen bei der Verwitterung eisenhaltiger Minerale in den Gesteinen. Die in diesen Mineralien überwiegend zweiwertigen Eisenionen werden unter dem Einfluß von sauerstoffhaltigem Bodensickerwasser oder Bodenluft zu dreiwertigen Eisenionen oxidiert. Diese fallen in nicht saueren Böden als Eisenoxide aus und überziehen die Mineralien mit Krusten, dadurch aggregieren Einzelpartikel oftmals zu größeren Einheiten. Eisenoxide können dadurch die Struktur der Böden beeinflussen.

Art und Menge der Oxide lassen sich mit mineralogischen und chemischen Methoden (selektive Extraktion) bestimmen (Schlichting et al. 1995). Die einzelnen Extraktionen sollten idealerweise mineralspezifisch sein, was jedoch selten gewährleistet ist. Zu beachten ist auch, daß chemische Extraktionsverfahren immer in gewisser Weise oberflächenspezifisch sind.

Fe- und Mn-Oxide werden bei allenfalls mäßig saurer Reaktion vornehmlich durch Komplexbildung oder Reduktion gelöst. Amorphe Kieselsäure sowie Al-Oxide sind laugelöslich, allerdings auch manche feinkörnigen Silicate. Ein Teil dieser Si- und Al-Verbindungen sowie die Mn-Oxide sind oxalatlöslich, können demnach zusammen mit dem Oxalat-Fe bestimmt werden (Schlichting et al. 1995).

A. Extraktion mit Dithionit-Citrat

Ziel und Prinzip:

Durch die Extraktion mit Dithionit-Citrat können die pedogenen Oxide bestimmt werden. Dithionitlösliches Fe erfasst nach Mehra & Jackson (1960), Schwertmann (1964), (1982), Borggaard (1988) alle pedogenen und kristallinen Eisenoxide einschließlich des organisch gebundenen Eisens. Nach Blume & Schwertmann (1969) kennzeichnet das dithionitlösliche Mn hinreichend gut die "freien Mn Oxide". Dithionit-Citrat (Mehra & Jackson, 1960) löst ebenfalls Al aus organischen Komplexen, nichtkristallinen Oxiden und greift kristalline Oxide zum Teil an.

Allophanähnliche Bestandteile gehen ebenfalls in Lösung, während Allophan und Imogolit zum Teil angegriffen werden. Al bzw. Si aus Opal, krisallinem Si und Schichtsilikaten wird nicht extrahiert.

Die Extraktion mit Dithionit-Citrat erfolgt bei pH 7,3 auf dem Weg der Reduktion.

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{Na}$ geht in Lösung
- $\text{S}_2\text{O}_4^{2-} \rightarrow 2 \text{SO}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Reduktion}$

Dabei wirkt Dithionit (z.B. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) als Reduktionsmittel, während Citrat puffert und die Metallionen als Komplexe in Lösung hält. Die Konzentrationen der im Extrakt vorliegenden Metallionen können mit dem ICP gemessen werden.

Reagenzien und Geräte:

Reagenzien:

- Na-Citrat: c = 0,3 M
- Na-HCO₃: c = 1 M
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$
- MgSO₄: c = 0,1 M

Geräte:

- 100 ml PE-Flaschen
- 100 ml Meßkolben
- Filter: Sartorius 3hw oder Rundfilter Sartorius 293
- 40 ml Vollpipette/Dispensette/Kippautomat
- 20 ml Vollpipette/Dispensette/Kippautomat
- 10 ml Vollpipette/Dispensette/Kippautomat
- Glasstäbe für alle Proben, die gleichzeitig im Wasserbad behandelt werden können
- Wasserbad (75 - <80 °)
- Zentrifuge

Durchführung der Extraktion (modifiziert nach Schlichting et al. 1995):

- Ca. 2 g lufttrockene Feinerde werden in einer 100 ml PE-Flasche eingewogen, wobei die genaue Einwaage (Genauigkeit 0,01g) für die spätere Berechnung der Fe-, Mn-, Al- und Si-Gehalte des Bodens notiert werden muß.

- Der eingewogenen Probe 40 ml 0,3 M Na-Citrat + 10 ml 1 M NaHCO₃ zugeben und in dem schon vorgeheizten Wasserbad auf 75 - <80° C (sonst S-Fällung) erwärmen.
- Wenn die Probenlösung diese Temperatur erreicht hat, wird sie unter starkem Rühren (Glasstab) oder Schütteln mit festem Na₂S₂O₄ (ca 1 g) versetzt und unter häufigem Rühren oder Schütteln weitere 5 Minuten erwärmt.
- Der Zusatz von Na₂S₂O₄ wird solange wiederholt bis eine sichtbare Aufhellung des Bodens erkennbar ist.
- Dann wird die Probenlösung nach Abkühlen auf Raumtemperatur (in der geschlossenen 100 ml PE-Flasche) 5 Minuten bei 3000 U/min zentrifugiert und das Zentrifugat in einen 100 ml Meßkolben überführt.
- Anschließend wird das verbliebene Sediment mit 20 ml 0,1 M MgSO₄ versetzt, geschüttelt und in den 100 ml Meßkolben filtriert (wenn notwendig vorher zentrifugieren).
- Die Filtrate mit VE-Wasser auf 100 ml auffüllen .

Messung:

Die Bestimmung der Elementgehalte erfolgt an der ICP-AES in einer verdünnten Messlösung.

Erstellung der Eichreihe:

Die Eichreihe muß in einer Lösung angesetzt werden, die Na-Citrat, NaHCO₃ und MgSO₄ in jeweils gleicher Konzentration enthält wie die Messlösung .

B. Extraktion mit Ammonium-Oxalat im Dunkeln

Ziel und Prinzip:

Durch die Extraktion mit Ammonium-Oxalat im Dunkeln können die aktiven Oxide bestimmt werden. Ammonium-oxalatlösliches (ohne UV-Licht Einwirkung) Fe gibt nach Schwertmann (1964, 1982), Borggaard (1988) vor allem röntgenamorphes Fe (organisch gebundenes Fe und Ferrihydrit), sowie Fe aus Allophan (Wada 1980, 1982) wieder. Das oxalatlösliche Mn tendiert zu etwas niedrigeren Werten als das dithionitlösliche Mn (Blume, Schwertmann, 1969). Ammonium-Oxalat bringt nach einer Zusammenstellung von Wada (1980, 1982) Al aus organischen Komplexen und nichtkristallinen Oxiden in Lösung, extrahiert Al und Si aus allophanähnlichen Bestandteilen, Allophan und zum Teil aus Imogolit, löst jedoch kristalline Al-Hydroxide, Opal, kristallines Si und Schichtsilikate nicht an.

Die Extraktion mit oxalsaurem Ammonium-Oxalat erfolgt bei pH 3,25, Raumtemperatur und Dunkelheit auf dem Weg der Komplexbildung. Für Dunkelheit muß gesorgt werden, da bei Lichtzutritt durch die Reduktionswirkung der Oxalsäure auch die besser kristallisierten Oxide gelöst werden.

Reagenzien und Geräte:

Chemikalien:

- Ammoniumoxalatlösung (NH₄-oxalat und Oxalsäure eingestellt auf pH 3,25)
= 17,56 g Oxalsäure + 28,4 g NH₄-oxalat auf 1 l mit VE-Wasser auffüllen

Geräte:

- 250 ml PE-Flasche
- 100 ml Pipette/Dispensette/Kippautomat
- Filter und Filterpapier
- Erlenmeyerkolben
- Überkopfschüttler oder Rundschüttler

Durchführung der Extraktion (nach Schlichting et al. 1995):

- Ca. 2 g lufttrockene Feinerde werden in eine 250 ml PE-Flasche eingewogen, wobei die genaue Einwaage (Genauigkeit 0,01g) für die spätere Berechnung der Fe-, Mn-, Al- und Si-Gehalte des Bodens notiert werden muß.
- Die eingewogene Probe wird mit 100 ml Oxalat-Lösung versetzt.

- 1 Stunde in einem abgedunkelten Raum maschinell geschüttelt (Rundschüttler) und anschließend über ein trockenes Filterpapier filtrieren. 5 - 10 ml des Vorlaufes werden in einen Erlenmeyerkolben filtriert und verworfen, der Rest der Probenlösung kann direkt in eine 100 ml PE-Flasche filtriert werden.

Messung:

Die Bestimmung der Elementgehalte erfolgt an der ICP-AES mit entsprechender Matrixanpassung.

Berechnung der Ergebnisse:

Die Ergebnisse sind in mg/g Fe_d bzw mg/g Fe_o bezogen auf die Einwaage sowie als Verhältnis Fe_o/Fe_d anzugeben. Die Darstellung der Gehalte sollte sowohl als Tabelle als auch als Grafik erfolgen.

Literatur:

Blume, H.-P., Schwertmann, U.; 1969: Genetic evaluation of profile distribution of aluminum, iron and manganese oxides. Soil Sci. Soc. Amer. Proc., 33, 438-444

Boorggaard, O. K.; 1988: Phase identification by selective dissolution techniques. In: Stucki, J., Goodman, B. A., Schwertmann, U. (eds): Iron in soils and clay minerals. Dodrecht, Holland, 893 S.

Mehra, O. P., Jackson, M. L.; 1960: Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate buffer. Clays Clay Miner., 7, 317-327

Schlichting, E., Blume, H.-P., Stahr, K.; 1995: Bodenkundliches Praktikum, 2. Auflage, Blackwell Wissenschafts-Verlag, Berlin

Schwertmann, U.; 1964: Differenzierung der Eisenoxide des Bodens durch Extraktion mit Ammoniumoxalat-Lösung. Z. Pflanzenernähr. Düng. Bodenk., 105, 194-202

Schwertmann, U.; 1982: Iron Oxides. In: Dixon, J. B., Weed, S. B. (eds): Minerals in soil environments. SSSA, Madison, Wisconsin, 603-638

Wada, K.; 1980: Mineralogical characteristics of andisols. In: Theng, B. K. G. (ed) Soils with variable charge. New Zealand Society of Soil Science, Palmerston North, New Zealand, 87-107

Wada, K.; 1982: Allophane and imogolite. In: Dixon, J. B., Weed, S. B. (eds): Minerals in soil environments. SSSA, Madison, Wisconsin, 603-638

4. Druckaufschluß im geschlossenen System für Element- und Spurenelementbestimmungen in Böden, Pflanzen, Klärschlamm, Sedimenten u.ä. Proben

Regina Müller

Allgemeines:

Die Druckveraschungsapparatur ist für Drücke bis zu maximal 35 bar ausgelegt. Der Salpetersäureaufschluß ist ein oxidierender Aufschluß, bei dem Nitrat zu nitrosen Gasen umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:



Dabei werden organische Substanzen vollständig aufgelöst.

Die zu veraschende Probe sollte deshalb 200 mg (Trockengewicht) nicht überschreiten, da es bei der Oxidation von organischem Material zu Druckspitzen über 35 bar kommen kann. Bei der Veraschung von neuen, unbekannten Proben sollte die Einwaage nicht mehr als 50 mg betragen.

Ein großer Vorteil gegenüber anderen Aufschlußverfahren ist dabei, daß in einem geschlossenen System gearbeitet wird und damit die Gefahr von Elementverlusten und Kontaminationen z. B. Staubartikel aus der Laborluft weitgehend ausgeschaltet wird.

Die kleine Einwaage von 100 mg setzt allerdings ein gut homogenisiertes Material voraus.

Da der Zeitaufwand für einen Aufschluß mit ca. 7-8 h relativ kurz ist und dabei in einer Apparatur bis zu 6 Proben gleichzeitig verascht werden können, ist dieses Verfahren auch für die Routine und für größere Probenserien sehr gut geeignet.

Als weitere Aufschlußverfahren für Böden sind folgende Verfahren zu nennen:

- Trockenveraschung
- offene Naßveraschung
- Schmelzaufschluß
- Mikrowellenaufschluß
- Königswasseraufschluß (Bodenkundliches Praktikum - Schlichting, Blume, Stahr)

Es ist noch zu berücksichtigen, daß es sich beim herkömmlichen Druckaufschluß mit HNO_3 (schwaches Oxidationsmittel) um keinen Totalaufschluß handelt (es werden keine Silikate zerstört).

Durch die Verwendung von Reinst-PTFE Probenbehältern kann in der Apparatur jedoch mit einem Säuregemisch HF/HNO₃ gearbeitet werden, das unter der Bedingung des Druckaufschlusses vergleichbare Ergebnisse zu den bisher bekannten Total-Aufschlußmethoden liefert. Der Vorteil gegenüber dem HF-Aufschluß im Platintiegel liegt vor allem in der sehr großen Zeitersparnis und im Arbeiten im geschlossenen System, so daß nicht mit einer Kontamination der Probe bzw. Elementverlusten zu rechnen ist.

Die Messung der aufgeschlossenen Probe erfolgt am ICP.

Reagenzien und Geräte:

Reagenzien:

- Salpetersäure c (HNO₃): 65 % suprapur
- Säurebad: 1:10 HNO₃ p.A. : VE-Wasser
- Rundfilter Sartorius 388

Geräte:

- Aufschlußautoklav 6AM
- Teflonaufschlußgefäße + Deckel
- 50 ml Meßkolben
- Glastrichter
- 50 ml PE-Flaschen
- Trockenschrank

Für die Bestimmung von Spurenelementen im Nano-Bereich sollte unbedingt darauf geachtet werden, daß nur Chemikalien in **SUPRAPUR** Qualität und **säuregespülte** (1:10 HNO₃-Säurebad) Gefäße verwendet werden.

***Es sollte unbedingt darauf geachtet werden, daß alle Arbeiten unter dem Abzug, mit Schutzbrille und Handschuhen durchgeführt werden.
Der Trockenschrank muß ebenfalls unter einem Abzug untergebracht sein.***

Durchführung der Methode:

Doppelbestimmung, Laborstandard und Reagenzienblindwerte nicht vergessen, um die Vollständigkeit des Aufschlusses und potentielle Kontaminationen durch Verunreinigungen der Säure oder falsche Handhabung erkennen zu können!

- ca. 200.0 mg (Analysenwaage 4 Nachkommastellen) gemahlene Bodenprobe in ein Teflonaufschlußgefäß einwiegen und Gewicht notieren.
- + 2 ml HNO₃ SUPRAPUR (bei 200 mg Einwaage) pro 100 mg E 1ml HNO₃

Handschuhe, Schutzbrille tragen - unter dem Abzug arbeiten!!!!

- Aufschlußbecher mit Deckel verschließen (auf richtigen Sitz achten!) und mittels der Arretierschraube in der Halterung fixieren.
- Aufschlußapparatur in Trockenschrank stellen. Durch die Ausdehnung des Teflons verschließt sich der Aufschlußtiegel.
- Temperatur: 160 - 170 °C
 - Aufschlußdauer: 7 bis 8 Stunden (über Nacht - Zeitschaltuhr)
- Aufschlußapparatur aus dem Trockenschrank nehmen und abkühlen lassen
- Probe über ein feinporiges, aschefreies, p-armes Filter in einen 50 ml - Meßkolben filtrieren
- und mit Reinstwasser auf 50 ml auffüllen und anschließend in 50 ml PE-Flaschen überführen.

Apparatur, Teflonbehälter und Teflondeckel nach jedem Aufschluß kräftig mit Leitungswasser spülen und anschließend mit VE-Wasser nachspülen.

Literatur:

- Sonderdruck - LaborPraxis 12/89- Aufschlußverfahren in der Analytischen Geochemie - Hartmut Heinrichs
- Produktinformation - 6AM Aufschlußautoklav - Loftfiels Analytische Lösungen

5. Bestimmung des wasserlöslichen Kohlenstoffs (C_{hwl}) und Stickstoffs (N_{hwl}) im Heisswasserextrakt

Gabi Franke

Der C_{hwl} beinhaltet einfache organische Verbindungen sowie leicht depolymerisierbare Kohlenwasserstoffe und damit auch die mikrobielle Biomasse. Er ist relativ unabhängig von jahreszeitlichen Schwankungen und spiegelt den Gehalt des Bodens an gut umsetzbarer organischer Substanz und damit auch das N-Nachlieferungsvermögen wieder. Der relativ geringe Aufwand für die C_{hwl} - und N_{hwl} Bestimmung erlaubt serienmäßige Untersuchungen.

Chemikalien und Geräte

- Rundkolben oder Erlenmeyerkolben
- Rückflußkühler
- Gummistopfen
- Zentrifugenröhrchen
- Zentrifuge
- Pasteurpipette
- 100 ml PE-Flaschen
- 2 N Magnesiumsulfatlösung

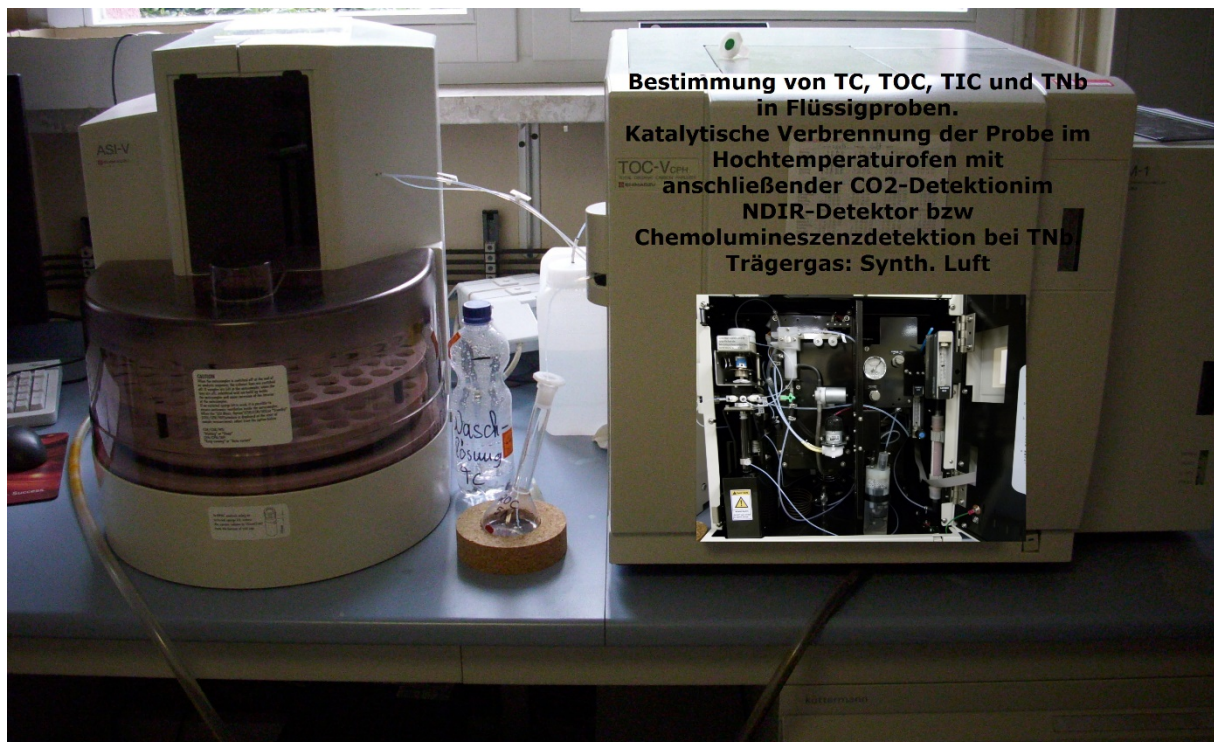
Durchführung:

- Einwaage von **10 g** lufttrockenem Boden (bei Auflage nur 5 g) in 250 ml Rund- oder Erlenmeyer-Kolben
- Zugabe von **50 ml** VE-Wasser
- **1 h** unter Rückflußkühlung kochen (Wasserhahn aufdrehen!!)
- **sofort** nach Entnahme der Kolben vom Rückflußkühler mit Gummistopfen verschließen und in Wasserbad abkühlen lassen
- Überstand der Lösung in Zentrifugenröhrchen überführen (dekantieren)

- 2 Tropfen (mit Pasteurpipette) 2 N Magnesiumsulfat-Lösung in jedes Zentrifugenglas geben
- Zentrifugenröhrchen in blaue Zentrifugeneinsätze stellen und 10 min bei 4000 U/min zentrifugieren (WICHTIG: Gewicht gegenüberliegender Zentrifugeneinsätze mit Röhrchen muß gleich sein; ggf. Zentrifugenröhrchen mit Wasser hinzustellen)
- Überstand der zentrifugierten Lösung in 100 ml-PE-Flaschen überführen (dekantieren) und Flaschen bis zur Analyse im Kühlschrank aufbewahren

Messung:

Die Messung von C_{hw1} und N_{hw1} erfolgt am Shimadzu TOC-Gerät V_{cph} . Die Konzentrationsangabe erfolgt in mg C bzw. N / l.



Literatur

Martin Körschens, Elke Schulz, Rudolf Behm: Heißwasserlöslicher C und N im Boden als Kriterium für das N-Nachlieferungsvermögen. Zentralblatt für Mikrobiologie, Volume 145, Issue 4, 1990, Pages 305-311, ISSN 0232-4393, [http://dx.doi.org/10.1016/S0232-4393\(11\)80045-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0232-4393(11)80045-4).

A Ghani, M Dexter, K.W Perrott : Hot-water extractable carbon in soils: a sensitive measurement for determining impacts of fertilisation, grazing and cultivation.

Laboranleitung **Dr. C. Böhm** BTU Cottbus-Senftenberg LS Bodenschutz und Rekultivierung:
Heißwasserextraktion bei Agroforst- und Energiewaldproben

6. Bestimmung der akt./effektiven Austauschkapazität nach Mehlich - KAK_{akt}

Gabi Franke



Allgemeines und Prinzip der Methode

Unter Kationenaustauschkapazität versteht man das Vermögen eines Bodens, eine bestimmte Menge Kationen austauschbar zu sorbieren.

Die sorbierbare Ionenmenge lässt sich bestimmen durch:

- Die Probe wird mit einem fehlenden Ion versetzt und dann die Summe aller dabei ausgetauschten Ionen bestimmt.
- Die durch Absorption bedingte Verminderung der Konzentration der Beladungslösung wird gemessen.
- Das eingetauschte Ion wird mit einem anderen wieder verdrängt und dann bestimmt.

Die Verdrängung hängt von den Eigenschaften des eingetauschten Ions ab, insbesondere von dessen Eintauschenergie. Sie ist auch vom pH-Wert und der Konzentration der Beladungslösung abhängig.

Ein Austausch beim Boden-pH erfolgt mit ungepufferten Lösungen (z.B. BaCl_2 , NH_4Cl , NH_4NO_3), ein Austausch bei einem vorgegebenen pH-Wert mit gepufferten Lösungen. Für Europa wurde ein Austausch bei pH 8.1 mit BaCl_2 -Triäthanolamin genormt, während internationale Bodenklassifikationen NH_4 -acetat bei pH 7.0 vorschreiben.

Die Austauschkationen werden üblicherweise in saure (H) und basische (S= Metallkationen + NH_4) unterteilt. Zum H-Wert gehören neben den H-Ionen auch solche, die beim Austritt in die Bodenlösung eine Hydrolyse hervorrufen und damit H-Ionen freisetzen, wie vor allem Al.

Am S-Wert sind in erster Linie Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} und Na^+ , in Kulturböden (nach Düngung) auch NH_4^+ beteiligt, wobei Ca meist mit mehr als 80 % dominiert.

Mn, Cu, Fe, Zn bzw. Pb und Cd spielen mengenmäßig nur eine untergeordnete Rolle, sind jedoch ökologisch als Nährstoffe bzw. Schadstoffe bedeutsam.

Ihre Konzentration kann in cmolc/kg oder direkt in mg/kg angegeben werden. Der %-Anteil des S-Wertes wird als BS-% (Basensättigungsgrad) bezeichnet.

Im Praktikum wird die aktuelle Austauschkapazität bestimmt.

Chemikalien

Austauschlösung:

- 50 g BaCl_2 in 2000 ml Reinstwasser lösen  0.1 M BaCl_2
(Sicherheitsdatenblatt lesen!!!!)

Waschlösung:

- Reinstwasser

Rücktauschlösung:

- 60 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in 2000 ml Reinstwasser lösen  0.15 M MgCl_2
- AgNO_3

Geräte

- Stative und Stativklammern
- Holzplatten für Spritzen
- 250 ml Meßkolben
- 50 ml Plastikspritzen
- Silikonschlauch

- PE-Schlauchklemmen
- Rundfilter (27 mm)
- (Filterwatte (vorgewaschen))
- Quarzsand (säuregewaschen und gegläht)
- Uhrglas
- Trichter, dessen Öffnung genau in die Spritze passt
- Spatel
- 50 ml Schnappdeckelglas

Durchführung der Methode

Die Apparatur besteht aus zwei Platten, die an den Stativen befestigt werden. Die untere Platte hält die PE-Spritzen, die obere die Meßkolben. Die Spritzen dienen als kleine Bodensäulen durch die die verschiedenen Lösungen aus den Meßkolben perkolieren. Um die Höhe der unteren Platte richtig auszuwählen, wird ein etwa 10 cm langes Silikonschlauchstück auf eine Spritzenspitze gesetzt und die Spritze in ein Loch gesteckt. Das Schlauchende soll etwa 1 cm im Hals eines darunter aufgestellten Kolbens stecken. Die obere Platte wird so befestigt, dass ein mit dem Hals nach unten hängender Kolben ungefähr 1 cm in die Spritzenöffnung ragt.

Zum Befüllen der Spritzen die obere Platte erstmal weglassen.

- In jede Spritze kommt ein Rundfilter. Die Schlauchstücke werden mit den Klemmen versehen
- und an die Spritzenspitze gesetzt. Unter jede Spritze kommt ein Meßkolben in den, das Schlauchende gesteckt wird.
- 20 g Quarzsand in einem Becherglas abwiegen und in die Spritze füllen.
- Mit 50 – 100 ml VE-Wasser spülen. Spüllösung verwerfen.
- 5 g Feinerde und 15 g Quarzsand in einem Becherglas gut vermischen und dann ebenfalls in die Spritze geben.
- Als Abdeckung 10 g Quarzsand und ein Rundfilter.
- Die Schlauchklemmen müssen vor der ersten Perkolation auf jeden Fall geöffnet sein.
- Zuletzt alles mit 50 bis 100 ml VE-Wasser spülen. Die Leitfähigkeit im Perkolat sollte $< 100 \mu\text{S}$ sein, um wasserlösliche Kationen zu entfernen.

Austausch

- Die oberen Kolben werden mit 200 ml BaCl_2 - Lösung gefüllt und hals über in die Spritzen gehangen. Die Schlauchklemmen müssen geöffnet sein.

- Tropfgeschwindigkeit von 6 - 8 Tropfen/min einstellen.
- Wenn die Lösung durchperkoliert ist, den oberen Kolben abnehmen und mit 50 ml Reinstwasser nachspülen.
- Die durchperkolierte Austauschlösung mit Reinstwasser auf 250 ml auffüllen und in PE-Flaschen umfüllen.
- Die Austauschlösung zur Messung der austauschbaren Kationen aufheben.

Waschgang

- Mit dem Waschgang wird nicht adsorbiertes Barium entfernt.
- Die oberen Kolben abnehmen und gut durchspülen.
- Kolben mit 100 – 200 ml VE-Wasser befüllen und hals über in die Spritzen hängen.
- Wenn das VE-Wasser durchperkoliert ist, mit AgNO_3 überprüfen, ob alles Cl_2 (von BaCl_2) entfernt ist. Wenn nicht →→ weißer Niederschlag! In diesem Fall Waschgang wiederholen.

Rücktausch:

- Kolben mit 200 ml MgCl_2 - Lösung befüllen und des Weiteren wie beim Austausch verfahren.
- Rücktauschlösung mit Reinstwasser auf 250 ml auffüllen, in PE-Flaschen umfüllen und zur Messung der KAK aufheben.

Messung

In der BaCl_2 - Lösung werden die austauschbaren Kationen (Ca, Mg, K, Na, Al, Fe, Mn) bestimmt. In der MgCl_2 - Lösung wird Barium bestimmt. Die Messung erfolgt am ICP.

Auswertung

Die austauschbaren Kationen und Barium werden in cmol_c/kg Boden dargestellt.

Die in mg/l ermittelten Konzentrationen (C) werden unter Berücksichtigung des Extraktionsvolumens (V) in ml, der Verdünnung, der molaren Masse (M) in g/mol , der Wertigkeit (c) und der Einwaage (E) in g in **$\text{cmol}_c \text{ M} / \text{kg}$** berechnet:

$$\text{cmol}_c \text{ M/kg} = \frac{C_x V_{xc}}{Ex M_x 10} \quad 10 = \text{Umrechnung von mmol in cmol}$$

Falls die Probe verdünnt wurde muss der Verdünnungsfaktor berücksichtigt werden.

Rechenbeispiel:

gemessen: 10 mg Ca / l **C**

Einwaage: 5 g **E**

Extraktionsvolumen: 250 ml **V**

molare Masse: 40.1 g/l **M**

Wertigkeit: 2 **c**

$$\text{cmol}_c \text{ Ca / Kg} = \frac{10 \times 250 \times 2}{5 \times 40.1 \times 10} = 2.49$$

Molekulargewichte und Wertigkeiten der austauschbaren Ionen:

Element	Molare Masse	Wertigkeit
Al	26.983	3
Ca	40.078	2
Mg	24.305	2
K	39.098	1
Mn	54.983	2
Na	22.989	1
Fe	55.847	3
Ba	137.77	2
NH4	18.0386	1

Die Summe aller austauschbaren Kationen ergibt die **KAK_{eff}** (T-Wert).

Die Summe der austauschbaren basischen Kationen (Na⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺) ergibt den **S-Wert**.

Die **Basensättigung** berechnet den Anteil basischer Kationen am Austauscherkomplex und errechnet sich nach folgender Formel:

$$\text{BS \%} = \frac{S}{T} \times 100$$

Einstufung des Basensättigungsgrades:

- sehr basenarm > 5 %
- basenarm 5 - 20 %
- mittelbasisch 20 - 50 %
- basenreich 50 - 80 %
- sehr basenreich bis basengesättigt 80 - 100 %

LITERATUR

Mehlich, A. (1942): Rapid estimation of base-exchange properties of soils. Soil Sci., 53, 1-14.

ISO 13 536: Bestimmung der Austauschkapazität des Bodens und der austauschbaren Kationen

!!!!Wird im Praktikum nicht durchgeführt!!!!

7. Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung durch Nasssiebung und Sedimentationsverfahren nach Köhn

Allgemeines und Prinzip der Methode:

Jeder Boden besteht aus unterschiedlichen Mengen größerer und kleinerer Primärteilchen. Die Zusammensetzung des Bodens aus den verschiedenen Teilchen kennzeichnet die Bodenarten. Die Bodenart kann im Gelände mit der Fingerprobe bestimmt werden (siehe Anlage 1). Im Praktikum wird die Korngrößenverteilung und somit die Bodenart mit der Nasssiebung und der Pipettanalyse nach Köhn bestimmt. Die Korngrößenverteilung hat einen entscheidenden Einfluss auf die physikalischen, chemischen und biologischen Eigenschaften des Bodens, wie z.B. Wasserleitfähigkeit, Wasserspeicherfähigkeit, Verdichtung, Durchlüftung.

Grob teilt man den Boden bezüglich Korngröße in Bodenskelett (>2 mm) und Feinerde (<2 mm) ein. Der Bodenskelettanteil speichert kaum Wasser und kaum Nährstoffe und wird deshalb auch nicht dem Boden zugeordnet. Die Feinerde dagegen speichert Wasser und Nährstoffe und bildet damit das ideale Medium für das Pflanzenwachstum.

Die Feinerde wird in 3 Körnungsklassen eingeteilt: Sand, Schluff und Ton

Die Fraktionen werden in Subfraktionen unterteilt: Grobsand (2000 - 630 μm), Mittelsand (630 - 200 μm), Feinsand (200 - 63 μm) sowie Grobschluff (63 - 20 μm), Mittelschluff (20 - 6,3 μm) und Feinschluff (6,3 - 2 μm) und in die Tonfraktion (< 2 μm) (Tab.1-1).

Tabelle 1 In Deutschland gebräuchliche Einteilung und Bezeichnung der Körnungsklassen sowie der verbreitetsten Methoden zur Korngrößenbestimmung (f = fein, m = mittel, g = grob)													
Größenklasse	Ton (T)			Schluff (U)			Sand (S)			Kies (K)			Steine (St)
Untergruppe	f	m	g	f	m	g	f	m	g	f	m	g	
Äquivalent-													
durchmesser	0,2	0,6	2,0	6,3	20	63	200	630	2000				
			$2 \cdot 10^{-3}$			$6,3 \cdot 10^{-2}$			2	6,3	20	63	$6,3 \cdot 10^4$
													$2 \cdot 10^5$
													200
													(in μm)
													(in mm)
Be-	Sedimentation mit Zen-			Sedimentation mit			S i e b u n g						
stim-													
mungs-													
methoden													

Tab. 1-1: Körnungsklassen (HARTGE und HORN 1991)

Für die Definition der einzelnen Bodenarten (Textur) des Feinbodens sind die drei Fraktionen Sand, Schluff und Ton maßgebend (Abb.1).

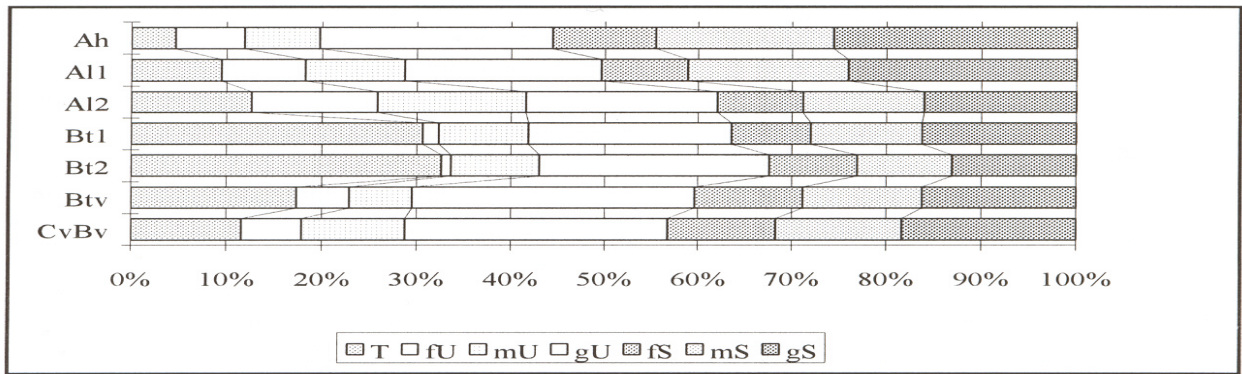


Abb.1 Korngrößenverteilung in einer Parabraunerde

Nach dem Vorherrschen der einen oder anderen Fraktion werden 4 Bodenartenhauptgruppen unterschieden: Sande, Schluff und Tone. Hinzu kommen aus traditionellen Gründen die Lehme als Sand-Schluff-Tongemenge, die in ihren Eigenschaften zwischen den erstgenannten Bodenarten stehen.

Die Bodenarten werden eingeteilt in Bodenartenhauptgruppen, -gruppen und -untergruppen.

Die Bodenartenuntergruppen, ihre Kurzzeichen und die Grenzwerte ihrer Fraktionsanteile werden in der Abbildung 2 dargestellt.

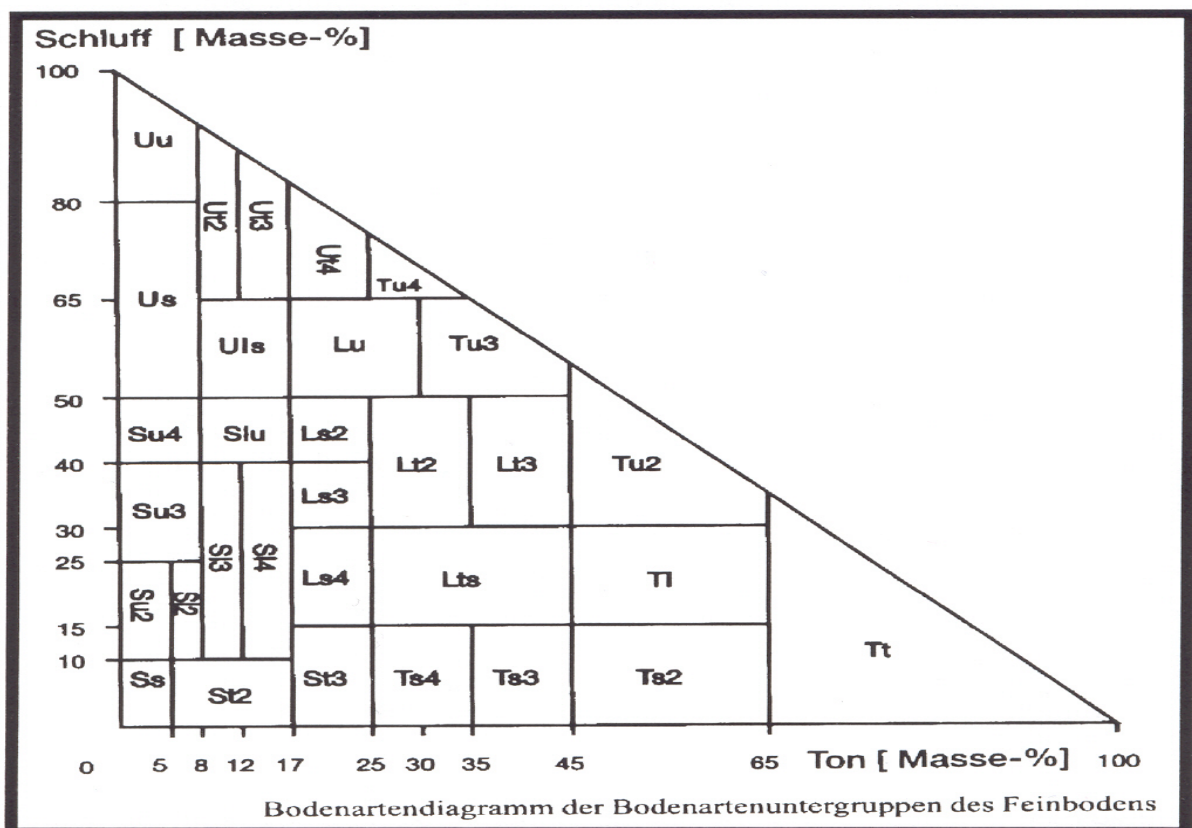


Abb. 2 Dreiecksdiagramm (AG Boden 1994)

1.1 Bestimmungsmethoden:

Die Bestimmung der Korngrößen erfordert die kombinierte Anwendung verschiedener Methoden. Größere Primärteilchen (meist $>63\ \mu\text{m}$) werden durch Siebung fraktioniert, kleinere durch Sedimentation.

Siebung

Der skelettfreie Boden wird durch einen Siebsatz gestaffelter Größen gespült (fraktionierte Siebung) und der Rückstand in jedem Sieb nach Trocknung gewogen. Das Verhältnis der Siebfraction zur Einwaage ergibt den Anteil der Korngröße. Beim Praktikum besteht der Siebsatz aus den Maschenweiten $630\ \mu\text{m}$, $200\ \mu\text{m}$ und $63\ \mu\text{m}$.

Dieses Verfahren wird im Praktikum angewandt und im Abschnitt 2d genauer besprochen.

Sedimentation

Die Sedimentationsanalyse (Fraktionen $<63\ \mu\text{m}$) zur Bestimmung der Teilchengröße beruht darauf, dass man in einem geeigneten Dispergierungsmittel eine gleichmäßige Aufschlammung der Probe erzielt und diese dann sedimentieren lässt. Da nach dem **STOKES-Gesetz** ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Größe und Dichte der Teilchen und ihrer Sinkgeschwindigkeit besteht, kann aus dem zeitlichen Verlauf der Sedimentation auf die prozentuale Verteilung der Korngrößen geschlossen werden.

Das STOKES'sche Gesetz hat aber nur Gültigkeit, wenn sich die sinkenden Teilchen nicht gegenseitig behindern oder durch die Wände des Zylinders gebremst werden. Deshalb darf die Einwaage des Bodens nicht zu hoch gewählt werden. Desweiteren muss die Temperatur konstant bleiben.

Es gibt eine Reihe von Sedimentationsmethoden, die sich hauptsächlich darin unterscheiden, wie die Masse der einzelnen Fraktionen bestimmt wird.

Die wichtigsten sind:

Pipettmethode:

Für die Bestimmung der einzelnen Kornfraktionen wird mit Hilfe der Pipettapparatur nach Köhn nach bestimmten Zeiten und in bestimmten Tiefen für jede Fraktion ein Aliquot entnommen und dessen Konzentration durch Wägen des Trocknungsrückstandes bestimmt.

Dabei wird für die Bodenteilchen Kugelform sowie eine einheitliche Dichte von $2,65\ \text{g/cm}^3$ unterstellt. Diese Voraussetzungen sind aber in den seltensten Fällen erfüllt. So weisen bestimmte Minerale nicht annähernd Kugelform auf (z.B. Glimmer); und auch die als einheitlich angenommene Dichte trifft nur selten zu (Quarz und Feldspäte haben ca. $2,65\ \text{g/cm}^3$, Biotit und Hornblende $>3\ \text{g/cm}^3$, Pyrit annähernd $5\ \text{g/cm}^3$).

Dieses Verfahren wird im Praktikum angewandt und im Abschnitt 2e genauer besprochen.

Aräometermethode: Mit einem Aräometer wird die durch den Sedimentationsvorgang verursachte Dichteänderung der Suspension gemessen. Bei bekannter Sedimentationszeit können daraus die Anteile der einzelnen Fraktionen errechnet werden.

Photometermethode: Anhand der Streuung von sichtbarem Licht oder Röntgenstrahlung (Sedigraph) in der Suspension wird die Korngrößenverteilung ermittelt.

Als Alternative zur Sedimentation wurde in letzter Zeit eine Methode entwickelt, die die Laserbeugung benutzt. Die Spektren des Lichtes erlauben Rückschlüsse auf die Korngrößenzusammensetzung der durchstrahlten Bodenprobe.

Vergleichsmessungen ergaben jedoch, dass der Anteil von Feinschluff und Ton deutlich unterschätzt wird.

Zu bedenken ist auch, dass die Ergebnisse der Korngrößenbestimmung bei unterschiedlichen Methoden variieren.

Bei der Darstellung der Ergebnisse muss daher immer die verwendete Methode angegeben werden.

Durchführung der Methode: (Laboranleitung LS Bodenschutz und Rekultivierung)

Vor der Siebung oder Sedimentation müssen die Aggregate des Bodens durch Entfernen der Bindemittel (Salze, Carbonate), organischer Substanzen (Humusgehalt >2%) Eisen- und Manganverbindungen und der flockend wirkenden Kationen (Ca, Al) in ihre Einzelbestandteile aufgelöst (dispergieren!) werden.

Dies geschieht durch Säurebehandlung (HCl), nasse Oxidation (H₂O₂), Reduktion der Fe- (bei einigen tropischen Böden) und Mn-oxide (Citrat-Dithionit-Behandlung) und Dispergierung, durch Austausch und Komplexierung der flockend wirkenden Ionen (H₂O, wässrige Lösungen komplexbildender Salze, z.B. Na-pyrophosphat).

1. Bestimmung des Karbonatgehaltes (zur Ermittlung der benötigten ml HCl)

- Porzellantiegel wiegen und ca. einen Teelöffel (4-7g) der luftgetrockneten Probe in Porzellantiegel geben. Den Tiegel mit Probe abermals wiegen. Hier und bei allen anderen Schritten eine Feinwaage (mit 4 Stellen nach Komma) benutzen!
- Mind. 4 h in Trockenofen bei 105°C (besser über Nacht) zur Ermittlung des Wassergehaltes → danach für ca. 1 h in Exsikkator → dann wiegen
- Proben für mind. 5 h (besser über Nacht) in Muffelofen bei 550°C (Ermittlung organischer Kohlenstoff) → dann wiegen
- Proben für mind. 5 h (besser über Nacht) in Muffelofen bei 950°C (Ermittlung CaCO₃) → dann wiegen
- Mittels vorgefertigter Excel-Tabelle Menge an benötigter HCl berechnen

2. Bodenprobe einwiegen und HCl-Zugabe

- 20g (+/-1g) der Bodenprobe in 250ml PE-Flaschen mit einer Feinwaage einwiegen (Einwaage notieren!)
Abweichungen von der Einwaagemenge:
Bei Proben mit geringen Schluff/Tonanteil (unter 5%) oder hohen Humus/Karbonatanteil **25g** einwiegen;
Bei Proben mit einem Schluff/Tonanteil über 30% Einwaage auf **15g** oder **10g** reduzieren
- etwas dest./VE Wasser hinzugeben, nur so viel bis Probe nass ist (dadurch soll sich die Salzsäure besser verteilen und gleichmäßig auf die Probe wirken)
- **Kittel, Handschuhe und Schutzbrille für die HCl-Zugabe tragen!**
- Errechnete Menge an 1M HCl mit Pipette hinzugeben und Probe schwenken, über Nacht unter dem Abzug stehen lassen

3. Zentrifugieren

Der Rückstand an einwertigen Ionen v.a. Chlorid-Ionen aus der HCl-Zugabe muss aus der Probe entfernt werden, da sich ihre Anwesenheit in der Suspension bei der folgenden Pipettierung stark auf die Senkgeschwindigkeit auswirkt. Partikel sinken in einer Salzlösung sehr viel schneller ab.

Die Ionen werden durch mehrmaliges Auswaschen aus der Probe entfernt, bis die elektrische Leitfähigkeit (als Maß für den Ionen-Gehalt) zwischen bzw. unter 30 – 40 µS/cm liegt.

- Flaschen mit dest./VE Wasser zu $\frac{3}{4}$ auffüllen (das VE-Wasser sollte eine Leitfähigkeit von unter 10 µS/cm aufweisen – sonst VE-Patrone wechseln)

- Wiegen der Flaschen: jeweils 2 Flaschen müssen immer gleich schwer sein (Unterschied < ca. 1g). Das Gewicht kann durch Zugabe von VE-Wasser zu einer Probe angeglichen werden. Zwei gleich schwere Flaschen gegenüber in die Zentrifuge stellen, damit keine Unwucht im Gerät entsteht).
- Zentrifugieren bei 2500 U/min (ohne PE-Deckel) bis der Überstand klar ist. Erfahrungswerte haben ergeben, dass beim ersten Waschzyklus 15 Min. ausreichen. Mit dem weiteren Entfernen von Cl-Ionen aus der Lösung verlängert sich der Zeitraum mit jedem Waschen bis hin zu mehreren Stunden (je nach Tongehalt).
- Nach dem Zentrifugieren den klaren! Überstand so weit wie möglich absaugen. Es muss unbedingt verhindert werden, dass Teile der Bodenprobe mit abgesaugt werden. Organische Anteile, die an der Oberfläche schwimmen, sollten aber wenn möglich mit abgesaugt werden.
- Probe wieder mit VE-Wasser auffüllen und dabei die Probe durch vorsichtiges Schwenken vom Boden lösen, um ein Auswaschen zu ermöglichen. Dann wie oben fortfahren.
- Nach dem 3. Waschen nach dem Zentrifugieren die elektrische Leitfähigkeit im klaren Überstand messen
- Wert muss zwischen bzw. unter 30 – 40 $\mu\text{S}/\text{cm}$ liegen, wenn nicht $\rightarrow$ erneut zentrifugieren und den klaren Überstand wieder absaugen und mit dem Waschen fortfahren bis der Wert erreicht wird. Falls Wert zwischen bzw. unter 30 – 40 $\mu\text{S}/\text{cm}$ liegt, nur absaugen und mit Schritt 4 fortfahren.

4. H₂O₂ –Hinzugabe

- Die Zugabe von 30-%igen Wasserstoffperoxid soll die organische Bodensubstanz zerstören. Die Reaktion ist Temperaturabhängig, d.h. bei hoher Temperatur verläuft die Reaktion recht intensiv. Um ein Übersäumen humushaltiger Proben zu verhindern, sollte die Zugabe vorsichtig passieren und bei Labortemperatur ablaufen.
- Kittel, Handschuhe und Schutzbrille für die H₂O₂-Zugabe tragen!
- Ca. 7ml Wasserstoffperoxid mit einer Pipette hinzugeben und schwenken, bei stark humushaltigen Proben die Menge erhöhen, allerdings in geringen Teilmengen über Tage nach und nach hinzufügen.
- 3 Tage bei Labortemperatur stehen lassen, Suspension sollte merklich heller sein und keine Bläschenbildung mehr stattfinden, wenn noch zu dunkel (hoher Anteil organischer Substanz) erneut Wasserstoffperoxid hinzugeben (ca. 3 – 4 ml), schwenken und einige Tage stehen lassen

5. Trocknen

- Das Wasserstoffperoxid soll durch trocknen vollständig aus der Probe entfernt werden.
- Proben bei 40-60°C in den Trockenschrank stellen bis die Probe trocken ist. Bei der Erhöhung der Temperatur kann es bei stark humushaltigen Proben mit viel restlichem Peroxid zum Übersäumen kommen. Deshalb noch dunkel erscheinende Proben erst langsam auf 40 °C erwärmen und beobachten.

6. Hinzugabe von Na₄P₂O₇

- Kittel, Handschuhe und Schutzbrille für die Na₄P₂O₇-Zugabe tragen!
- Berechnung der Einwaage für eine 0,4N Na₄P₂O₄-Lösung (tetra-Na-pyrophosphat-decahydrat):
 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O} = 446,06 \text{ g/l} = 1\text{mol}$

$$1 \text{ N Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O} = \frac{446,06 \text{ g/l}}{4 \text{ (Wertigkeit von Na)}} = 111,515 \text{ g/l}$$

Einwaage= 44,61g/l (= 0,4N)

- 25ml Tetranatriumdiphosphat (Natriumpyrophosphat) mittels kleinem Messzylinder zur Dispergierung von Feinanteilen hinzugeben. Schwenken bis sich die evtl. angetrocknete Probe vom Boden vollständig gelöst hat.
- Mind. einen Tag stehen lassen
- Danach PE-Flasche bis zur Hälfte mit dest./ VE Wasser befüllen und Flasche gut verschließen. Dichtigkeit des Verschlusses prüfen!

7. Schüttler

- Proben über Nacht auf den Schüttler stellen, bevor am nächsten Tag die Nasssiebung durchgeführt werden soll. Andernfalls die Probe lagern. Das Schütteln muss unbedingt direkt vor der Siebung stattfinden.

-

8. Nasssiebung

- Die Nasssiebung dient zur Abtrennung und Fraktionierung der Sandfraktionen. Sorgfältiges Arbeiten ist hier besonders wichtig, da kleine Verluste an Sand zu großen Fehlern führen!
- Dazu zuerst pro Probe 2 Messbecher (Plastik, 400 ml, für Grob- und Mittelsand) und ein Becherglas (Glas, 200 ml für Feinsand) mit der Feinwaage einwiegen und beschriften
- 2 Liter (beschriftete) Plastikflasche → Trichter → 3 Siebe (für Grob-, Mittel- und Feinsand, oben das größte Sieb) im Waschbecken aufbauen
- Probe ca. 2 Min in das Ultraschallbad geben (bis zu vier Proben zeitgleich möglich).
- Probe restlos auf das oberste Sieb geben und jeweils auf den Sieben mit dest. Wasser gleichmäßig verteilen und durchspülen, dabei darf die 2 Liter Flasche nur bis ca. 800 ml befüllt werden
- Jedes Sieb einzeln mit dem Probenmaterial ins Ultraschallbad geben (Sieb auf/ bzw. in eine passende Unterschale stellen)
- Probenmaterial mittels Spritzflasche (dest./ VE Wasser) in die jeweiligen Bechergläser überführen
- Warten bis sich das jeweilige Material abgesetzt hat, dann kann der klare! Überstand abgesaugt werden
- Bechergläser über Nacht bei 105°C in den Trockenschrank stellen (danach in Exsikkator)
- Zurückwiegen der jeweiligen Bechergläser = Ermittlung der jeweiligen Sandfraktion

9. Pipettierung an der Köhn-Apparatur

Ziel: Ermittlung der drei Schlufffraktionen (Grob- Mittel- und Feinschluff) und der Tonfraktion. Die Methode beruht darauf, dass in einer Boden/Wasser-Suspension schwere (größere) Teilchen schneller absinken als leichte/ kleine.

Einflüsse auf die Messung: Temperatur (sollte konstant gehalten werden) und Erschütterungen/Verwirbelungen der Suspension (sollten unbedingt während der Messung vermieden werden).

Es werden mit einer Pipette zu genau 4 bestimmten aufeinander folgenden Zeiten 20ml aus der Suspension entnommen. In der 1. Probe sind noch alle Kornfraktionen enthalten, in der 2. fehlt schon der Grobschluff, der sich als erstes absetzt. In der 4. und letzten Probe befindet sich nur noch der Ton. Durch Bildung der Differenz ergeben sich am Ende die einzelnen Schlufffraktionen.

Vorher: Proben in der 2l- Flasche über Nacht auf den Schüttler

Pro Probe 4 Bechergläser (Glas, 100ml) einwiegen und beschriften (für die Fraktionen 1 bis 4)

Weiterhin wird benötigt: 1-2 Stoppuhren, VE-Wasser, „Mundstück“ zum Ansaugen (abgeschnittene Pipettenspitze), Papiertücher, leerer Becher, Parafilm, Handtuch

Gefäß über Pipette mit VE-Wasser auffüllen (zum Spülen der Apparatur)

- Probe in 1L- Glaszylinder überführen (Flasche und Deckel ausspülen nicht vergessen) und mit VE-Wasser auf 1 Liter auffüllen
- Glaszylinder mit Parafilm zukleben/ verschließen. Zum Schütteln Handtuch auf dem Zylinder platzieren, Hand darauf halten (mit Handballen auf dem Ausguss) und gut festhalten. Ca. 1 Minute mit beiden Händen den Zylinder auch überkopf schütteln, hinstellen und sofort die Stoppuhr anschalten
- Probe zur jeweiligen Zeit mit dem Mundstück am Schlauch aus der jeweiligen Tiefe (Fraktionen 1-3 aus 10cm, Fraktion 4 aus 5cm Wassertiefe) ansaugen.
- Überschuss verwerfen, Probe in das jeweilige beschriftete Becherglas ablassen, Pipette spülen
- Für die 3. und 4. Fraktion (ca. nach 4 Minuten) wird der Glaszylinder erneut mit Parafilm verschlossen und für eine Minute geschüttelt (die Zeit wird dann wieder auf „0“ gesetzt). Dies erfolgt aufgrund eines rationellen Arbeitens bei mehr als zwei Proben, ist aber kein Muss.

Für die jeweiligen Probenahmen ist die Temperatur entscheidend!

Probenahmen daher zu unterschiedlichen Zeiten

Bei gleichzeitiger Bearbeitung von mehreren Proben empfiehlt sich eine Stoppuhr mit mehreren Zeitmessungen (gibt dazu Apps fürs Smartphone)

Temperatur	21°C - 22°C	23°C	24°C	25°C
	Zeit in [min]			
Messung				
1	0,29	0,28	0,28	0,27
2	4,15	4,09	4,03	3,58
3	47,58	46,47	45,36	44,25
4	3.37,00	3.31,00	3.26,00	3.20,00

- Bechergläser über Nacht bei 105°C in den Trockenschrank stellen (danach in Exsikkator)
- Zurückwiegen der Bechergläser = Ermittlung der jeweiligen Fraktion
- Reinigen der Gläser: Beschriftung mit Aceton/Ethanol entfernen, Glas mit warmer Wasser/Spülmittel-Mischung (nicht viel Spülmittel nötig) auffüllen und über Nacht einweichen lassen (gut: im Trockenschrank bei 40 °C). Am nächsten Tag mit Schwamm reinigen, ausspülen und im Geschirrspüler (Standardprogramm) reinigen.

10. Berechnung

- **Daten in vorgefertigte Exceltabelle eingeben.** Die Berechnung sollte auch verstanden worden sein!
- In der Tabelle wird auch die Wiederfindung durch Addition aller Fraktion errechnet, d.h. wieviel der gesamten eingewogenen Bodenprobe in der Gesamtheit der Fraktionen gefunden wird. Dies sollten idealerweise 100% sein. Werte sollten zwischen 103 und 98 % liegen. Andernfalls ist (je nach Fragestellung) eine Wiederholung der Messung zu erwägen.

Auswertung (ausführlich erläutert, sonst Exceltabelle verwenden!!!!)

Auswiegen der Sandfraktionen: (siehe Liste 1)

$$\text{Becherglas}_{\text{voll}} \text{ (g)} - \text{Becherglas}_{\text{leer}} \text{ (g)} = \text{Auswaage}_{\text{Sand}} \text{ (g)}$$

für jede Sandfraktion einzeln durchzuführen

Auswiegen und Berechnen der Schluff- und Tonfraktionen:

Zur Berechnung der Schluff- und der Tonfraktion sind drei Punkte besonders zu beachten:

1. Mit der Pipette wird ein Aliquot von 20 ml aus einem Gesamtvolumen von 1000 ml entnommen. Daher sind die ermittelten Tiegelinhalte (s.u.) der Grobschluff- Mittelschluff, Feinschluff- und Tonfraktionen mit dem Faktor 50 zu multiplizieren.
2. Zur Berechnung der Tonfraktion ist das Gewicht des Pyrophosphatanteils (13,4 mg) von dem Tiegelinhalt abzuziehen.
3. Bei der ersten Entnahme werden alle Teilchen < 63 µm, bei der zweiten Entnahme alle Teilchen < 20 µm und bei der dritten Entnahme alle Teilchen < 6,3 µm erfaßt. Deshalb sind von den Tiegelinhalten der ersten Entnahme die Tiegelinhalte der zweiten Entnahme abzuziehen, von den Tiegelinhalten der zweiten Entnahme die Tiegelinhalte der dritten und von den Tiegelinhalten der dritten Entnahme die der vierten Entnahme.
4. Falls Humus zerstört wurde muss von der Einwaage die Masse der organischen Substanz abgezogen werden:

Berechnung der Einzelfraktionen (Schluff und Ton): (siehe Liste 2)

1. Entnahme: <63µm

Tiegelrohinhalte: $\text{Tiegel}_{\text{voll}}(\text{g}) - \text{Tiegel}_{\text{leer}}(\text{g}) = \text{Tiegelrohinhalt 1.Entnahme}$
(gU, mU, fU, Ton, Dispergierungsmittel)

Tiegelrohinhalt 1. Entnahme – Tiegelrohinhalt 2. Entnahme = gU (g)

Grobschlufffraktion: $\text{gU}(\text{g}) \cdot 50 = \text{g gU/l}$

2. Entnahme: <20 µm

Tiegelrohinhalte: $\text{Tiegel}_{\text{voll}}(\text{g}) - \text{Tiegel}_{\text{leer}}(\text{g}) = \text{Tiegelrohinhalt 2.Entnahme}$
(mU, fU, Ton, Dispergierungsmittel)

Tiegelrohinhalt 2.Entnahme – Tiegelrohinhalt 3.Entnahme = mU (g)

Mittelschlufffraktion: $\text{mU}(\text{g}) \cdot 50 = \text{g mU/l}$

3. Entnahme:<6,3 µm

Tiegelrohinhalte: $\text{Tiegel}_{\text{voll}}(\text{g}) - \text{Tiegel}_{\text{leer}}(\text{g}) = \text{Tiegelrohinhalt 3.Entnahme (g)}$
(fU, Ton, Dispergierungsmittel)

Tiegelrohinhalt 3.Entnahme – Tiegelinhalt 4.Entnahme = fU (g)

Feinschlufffraktion: $\text{fU}(\text{g}) \cdot 50 = \text{g fU/l}$

4. Entnahme: < 2µm

Tiegelrohinhalte: $\text{Tiegel}_{\text{voll}}(\text{g}) - \text{Tiegel}_{\text{leer}}(\text{g}) = \text{Tiegelrohinhalt 4.Entnahme (g)}$
(Ton, Dispergierungsmittel)

Tiegelrohinhalt 4.Entnahme - Dispergierungsmittel (13,4 mg) = Ton (g)

Tonfraktion: $\text{Ton}(\text{g}) \cdot 50 = \text{g Ton/l}$

Qualitätskontrolle, prozentuale Berechnung der Einzelfractionen

Qualitätskontrolle:

Zur Kontrolle der Analysenqualität werden die gewogenen bzw. berechneten Auswaagen der sieben Einzelfractionen addiert und mittels der Einwaage in % umgerechnet. Als Summe muss sich theoretisch ein Wert von 100 % ergeben. Das ist jedoch nur in den seltenen Fällen so, da erstens bei der Vorbehandlung geringe Teile der ursprünglichen Einwaage zerstört werden (z.B org. Substanz, Kalk usw.) und zweitens bei der Vielzahl der Bearbeitungsschritte immer kleine Fehler gemacht werden. Wenn die ermittelte Summe der Einzelfractionen um deutlich mehr als 5% von der Einwaage abweicht, sollte die Analyse wiederholt werden.

Ist der Gesamtkohlenstoffgehalt (C-Bestimmung) sehr hoch (humusreiche Böden) so ist er bei der Einwaage zu berücksichtigen:

$$\% \text{ C} \cdot 1,724 = \% \text{ organische Substanz}$$

Dieser Wert (in g umgerechnet) ist von der Einwaage abzuziehen.

Berechnung der prozentualen Korngrößenverteilung:

Die ausgewogenen Einzelfraktionen werden in Masse-% der Einzelfraktionen am Feinboden umgerechnet. Dabei wird die erhaltene Summe der Einzelfraktionen gleich 100 % gesetzt. In die Berechnung gehen ein:

1. die Auswaagen der Einzelfraktionen ($\text{Auswaage}_{\text{fraktion}}$)
2. die errechnete Summe der ausgewogenen Einzelfraktionen ($\text{Summe}_{\text{fraktionen}}$)
3. die Einwaage (minus organ.Substanz)

Der prozentuale Anteil jeder Einzelfraktion am Feinboden wird durch die folgende Formel berechnet:

$$\text{Auswaage}_{\text{fraktion}} * 100 / \text{Summe}_{\text{fraktionen}}$$

$$\text{Summefraktionen} = (\text{Summe Schlufffraktionen} + \text{Auswaage Ton}) * 50 + \text{Sandfraktion}$$

Literatur

Hartge, K.; Horn, R.: Die physikalische Untersuchung von Böden, 12.Tab., 3 überarb. Aufl., Stuttgart, Enke, 1992.

Hartge, K.; Horn, R.: Einführung in die Bodenphysik, 3. Auflage, Enke Stuttgart, 1999

Gee, G.W.; Bauder, J.W.: Particle Size Analysis. In: Methods of Soil Analysis, Part1, Chapter 15, Soil Sci. Soc. Am., Madison, Wisconsin, USA

DIN 19683, Blatt 1-3, Physikalische Laboruntersuchungen, Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung nach Vorbehandlung mit Natriumpyrophosphat, 1973.

Bodenkundliche Übung Labormethoden Lehrstuhl für Bodenkunde, Prof. Dr. I. Kögel-Knabner und Fachgebiet Waldernährung *Prof. Dr. A. Göttlein* der TU München

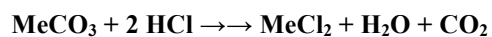
8. Bestimmung Carbonatgehalt - SCHEIBLER – Apparatur

D.Henning/R.Müller



1. Allgemeines und Prinzip der Methode:

Durch das Calcimeter nach Scheibler kann die durch Zugabe von HCL entwickelte Menge CO₂ gasometrisch gemessen werden.



Das im Reaktionsgefäß gebildete CO₂ füllt die Scheiblerblase in der Flasche und verdrängt dort eine äquivalente Luftmenge. Dies drückt die Sperrflüssigkeit aus dem Messrohr in den Vorratsbehälter. Das Niveau-Rohr dient zur einwandfreien Ablesung.

In Böden treten Carbonate überwiegend als CaCO_3 (meist Calcit, selten Aragonit) oder $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ (Dolomit) auf. Unter anaeroben Bedingungen können außerdem Eisencarbonate (Siderit- FeCO_3) und Mangancarbonate (Rhodochrosit- MnCO_3) entstehen. In Salzböden arider Gebiete sind häufig Alkalicarbonat (Soda- $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) vorhanden.

2. Geräte und Chemikalien:

- Mörser mit Pistill
- Uhrgläser
- Tropfflasche gefüllt mit 10%iger HCl
- SCHEIBLER-Apparatur
- 10 % ige HCl
- Reaktionsgefäß = kleines Reagenzglas
- Waage (am besten auf 0,0001 g genau)
- Barometer
- Thermometer
- Pinzette
- reines CaCO_3

Vorbereitungen

- Zur Überprüfung der Apparatur wird ein Messdurchgang mit reinem CaCO_3 durchgeführt. Hierzu werden 500 mg $\text{CaCO}_3 = 100\%$ Carbonat eingewogen.
- Zur Ermittlung des Blindwertes muss ein Messdurchgang nur mit VE-Wasser durchgeführt werden.
- Die einzelnen Bodenproben sollten auf eine Größe kleiner 2 mm gesiebt sein und wenn nötig zusätzlich gemörsert. Dies hat den Vorteil, dass die Probe nicht über kalkhaltige Klumpen verfügt, sondern der Carbonatgehalt sich gleichmäßig über die Probe verteilt und es zu keiner Zeitverzögerung der Reaktion kommt.
- Eine geringe Menge der zu bestimmenden Bodenprobe (ca. 2g) wird auf ein Uhrglas gegeben und mit HCl aus der Tropfflasche benetzt (Vorprobe). Je nach Heftigkeit der Reaktion (Aufschäumen) wird die Einwaage der Probe für die Carbonatbestimmung festgelegt (zwischen 1 und 5 g):

• sehr schwache Reaktion, nur hörbar < 0,5 % Carbonate	5 g Einwaage
• schwache Reaktion, kaum sichtbar 0,5-2 % Carbonate	5 g Einwaage
• deutliche Reaktion, nicht anhaltend 2-5 % Carbonate	2 g Einwaage
• starke Reaktion, nicht lang anhaltend 5-10 % Carbonate	2 g Einwaage
• sehr starke Reaktion, länger anhaltend > 10 % Carbonate	0.5 g Einwaage

3. Durchführung der Methode:

- Bodenprobe in eine Laborflasche einwiegen und die Einwaage notieren und mit 20 ml VE-Wasser anfeuchten!
- Reaktionsgefäß mit 10%iger HCl befüllen und unverschlossen mit der Pinzette vorsichtig in die Laborflasche geben so, dass nichts verschüttet. (ACHTUNG Schutzbrille!)
- Die Laborflasche sofort fest mit der Apparatur verschließen.
- Weiteres Vorgehen in der in der Abbildung „Hahnstellung“.

- Die Laborflasche vorsichtig am oberen Ende fassen und nach und nach so kippen, dass die Salzsäure mit der Probe reagieren kann..

Hahnstellungen:

1. Hähne schwach fetten und einbauen

2. Hochpumpen - **Ausgangsstellung**



3. Entlüften (Mittelhahn schliessen)



4. Gleichstand einstellen* (Säule muss „hängen“)



5. Rechten Hahn nach rechts schliessen, Mittelhahn offen

Der rechte Hahn muss ab der 2. Probe nicht wieder gedreht werden sondern kann in dieser Stellung verbleiben. Das Hochpumpen funktioniert auch so.



6. Reagenzglas mit der Säure vorsichtig mittels Pinzette in die Probeflasche geben

7. Flasche fest anschrauben (**Vorsicht**, es darf keine Säure mit der Probe in Berührung kommen)

8. Bürettenstellung ablesen

Handwritten note: "Säule muss 'hängen' (Säure)"

9. Reagenzglas mit Säure entleeren, Probe schütteln - Gasentwicklung.
Flasche beim Schütteln am Verschluss halten

10. Mittelhahn schliessen



11. Entlüften



12. Gleichstand einstellen*



13. Mittelhahn schliessen

14. Verbrauch ablesen

*Sollte sich nach einmaligem Entlüften der Gleichstand nicht einstellen lassen, so ist dieses zu wiederholen und nochmals Gleichstand einzustellen. Dabei ist darauf zu achten, dass vor dem Entlüften der Mittelhahn stets geschlossen werden muss.

Methodische Fehlerquellen:

Sind relativ große Carbonatteilchen in der Probe, muss die Probe vorher unbedingt gemörsert werden.

Sulfide können die Bestimmung verfälschen, da durch HCl freigesetztes H_2S einen zu hohen CO_2 -Gehalt vortäuscht.

4. Berechnung der Ergebnisse:

Das Ergebnis wird in % $CaCO_3$ angegeben.

Für die Berechnung wird der aktuelle Luftdruck (Internet!!) und die aktuelle Temperatur benötigt.

Umrechnung von hPa in Torr:

1 hPa = 1 mbar
1013 mbar = 760 Torr
1 mbar = 0.75 Torr

Berechnung ml CO₂:

$$\text{ml CO}_2 = \frac{\text{ml Differenz} \times 273 \times \text{Torr(akt. Luftdruck)}}{(273 + \text{aktuelle Temperatur } ^\circ\text{C}) \times 760}$$

Umrechnung von ml CO₂ in mg CO₂: *1,967 (Dichte CO₂ g/l)

Umrechnung von mg CO₂ in mg CaCO₃: *2,275

Rechenbeispiel siehe Beispieltabelle auf der nächsten Seite!!!!!!!!!!!!!!

Einstufung der Böden nach Carbonatgehalt

< 0,5 sehr carbonatarm

0,5 - 2 carbonatarm

2 – 10 carbonathaltig

10 – 25 carbonatreich

25 – 50 sehr carbonatreich

> 50 extrem carbonatreich

Literatur:

Gerätevorschrift Scheiblerapparatur

Laborvorschrift, Lehrstuhl Bodenschutz und Rekultivierung

Bodenkundliches Grundpraktikum: Prof . Luise Gianl, Dr . Eva Tolksdorf –Lienemann

Beispieltabelle

Karbonatbestimmung nach Scheibler

Probe	Temp. °C	Luftdruck mBar	Luftdruck Torr	Einwaage mg	Anfang ml	Ende ml	Differenz ml	CO ₂ ml	CO ₂ mg	CaCO ₃ mg	CaCO ₃ %
			mBar*0,75				Endstand- Anfangsstand ggf. - BW	*	mlCO ₂ *1,967	mgCO ₂ *2,275	mg CaCO ₃ *100/Einwaage
CaCO ₃	24	1005,8	754,4	50	29,2	41,8	11,8	10,77	21,18	48,18	96,35

* Verbrauch x 273 x Torr / (273 + °C) x 760

9. Methode zur Simultanbestimmung von C, N und S mit dem Elementaranalysator VARIO microCube

Denis Henning

Bei dem Elementaranalysator handelt es sich um ein Gerät, welches vollautomatisch quantitativ CNS simultan aus einer Probeneinwaage ermitteln kann.

Allgemeines und Prinzip der Methode:

Der für den vollautomatischen Analysenablauf entwickelte VARIO EL basiert auf der oxidativen Verbrennung, wobei als Detektor für die C, N, S-Bestimmung eine Wärmeleitfähigkeitsmessung eingesetzt wird. Als Träger- und Spülgas dient Helium.

Aufschluss

Die zu analysierende Substanz wird durch oxidative Verbrennung aufgeschlossen.

Der quantitative Substanzaufschluss beruht auf dem Prinzip der explosionsartigen Verbrennung in mit Sauerstoff hoch angereicherter Heliumatmosphäre bei 1150°C.

Durch eine variable, frei wählbare Verbrennungszeit und eine variable Sauerstoffdosiermenge wird eine quantitative Verbrennung der Probe auch bei großen Einwaagen (bis 150mg) erreicht.

Die Probe wird mit Wolframoxid in Zinnfolien oder Zinnschiffchen eingewogen und mit einem Handpresswerkzeug zu kleinen Kugeln gepresst.

Die gepressten Zinnfolien werden durch einen automatischen Probegeber in das Verbrennungsrohr geworfen.

Bei der oxidativen Verbrennung entstehen aus den Elementen C, N und S neben molekularem Stickstoff die Oxidationsprodukte CO₂, NO, NO₂, SO₂, SO₃ sowie flüchtige Halogenverbindungen, falls die Probe Halogene enthält.

Die Stickoxide und Schwefeloxide werden in einem 2. Quarzrohr, welches mit Kupfer gefüllt ist bei 850°C quantitativ zu molekularem Stickstoff und SO₂ reduziert.

Außerdem wird überflüssiger Sauerstoff am Kupfer gebunden.

Die flüchtigen Halogenverbindungen werden durch Silberwolle chemisch gebunden und so aus dem Gasstrom entfernt.

Das entstandene Gasmisch aus den Komponenten Helium, CO₂, N₂, und SO₂ wird nachfolgend einem Trenn- und Messsystem zugeführt.

Zur Verhinderung der Entstehung von H₂SO₄ aus SO₂ und H₂O und zur Vermeidung von Wasserkondensation in den Rohrleitungen sind sämtliche Rohrverbindungen bis zum Trennsystem beheizt.

Trennung der Messgase

Da der Detektor nicht spezifisch zwischen den verschiedenen Komponenten aus dem Messgas unterscheiden kann, müssen die Reaktionsgase einzeln gemessen werden. Die Trennung erfolgt in einer U-förmigen Trennsäule nach gaschromatografischen Prinzipien.

Zunächst durchströmt das Messgasgemisch, bestehend aus CO_2 , H_2O , N_2 , SO_2 und Helium nach der Reduktionssäule ein Trockenrohr, um das Wasser quantitativ aus dem Gasstrom zu entfernen. Das Gasgemisch durchströmt anschließend die Absorptionssäule an der SO_2 und CO_2 quantitativ gebunden werden.

Der von den Absorptionssäule unbeeinflusste Stickstoff tritt nun mit dem Trägergas als erste Komponente in den WLD ein.

Wenn die Messung des Stickstoffanteils beendet ist, wird die Säule auf 90°C hochgeheizt, wodurch das CO_2 rasch desorbiert wird und durch das Helium in den WLD gespült wird.

Nach Beendigung der Messung des CO_2 -Anteils wird die Säule auf 210°C hochgeheizt, wobei das SO_2 - desorbiert wird und ebenfalls in WLD geleitet wird.

Nachweis mit Hilfe von WLD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor)

Der WLD ist universell für alle Substanzen verwendbar. Er nutzt die unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit verschiedener Moleküle. Der WLD besteht aus einem beheizbaren Metallblock mit zwei Messzellen. Eine Messzelle wird permanent mit reinem Trägergas (Helium) durchströmt und dient als Vergleichszelle. Die andere ist die Messzelle. Durch sie strömt das Trägergas (Helium) und die getrennten Substanzen (CO_2 , SO_2 und N_2). In den beiden Zellen befindet sich ein Hitzdraht aus Platin oder Wolfram, der von elektrischem Strom durchflossen wird und damit erwärmt wird. Solange nur Trägergas durch die Zellen fließt, werden beide Hitzdrähte in gleicher Weise abgekühlt. Ihre elektrischen Widerstände sind identisch, das von der elektronischen Schaltung (Wheatstonesche Brückenschaltung) gemessene Signal ist Null. Eine Probensubstanz im Trägergas verändert die Gaszusammensetzung und verringert damit die Wärmeleitfähigkeit.

Es müssen dabei Trägergase verwendet werden, die im Vergleich zu den Probensubstanzen eine deutlich höhere Wärmeleitfähigkeit besitzen (Wasserstoff, Helium). Eine gaschromatografisch getrennte Substanz hat eine geringere Wärmeleitfähigkeit als das Trägergas, d.h. die Wärme wird in der Messzelle schlechter abtransportiert als in der Vergleichszelle. Die Temperatur in der Zelle steigt und damit auch der elektrische Widerstand des Hitzdrahtes. Diese Widerstandsänderung ist

proportional zur Substanzkonzentration in der Messgaszelle. Der WLD ist nicht selektiv, weil alle gasförmigen Substanzen, die die Trennsäule verlassen, detektiert werden.

Beschreibung eines Analysenablaufes

Die Proben werden in Zinnschiffchen unter Zugabe von Wolframoxid eingewogen und in den Teller des automatischen Probengebers eingesetzt. Zum Verschliessen der Zinnschiffchen steht eine spezielle Kapselpresse zur Verfügung

Das Probengewicht kann dem PC entweder on-line von der Waage oder manuell über die Tastatur eingegeben werden.

Beim Start einer Analyse wird zunächst der Auto-Null-Abgleich des Detektors durchgeführt.

Danach erfolgt die Beschickung der Apparatur mit der Probe:

Der Kugelhahn dreht sich um 180° in die Stellung „Sackloch nach oben“.

Der Probenteller bewegt sich um einen Schritt, dabei fällt die Probe in das Sackloch.

Der Kugelhahn dreht sich um 90° in die Spülstellung. Dabei wird der in das Sackloch eingedrungene Luftstickstoff weggespült.

Nach Ablauf der Spülzeit dreht sich der Kugelhahn um weitere 90° in die Einwurfstellung, dabei fällt die Probe in den Aschefinger.

Parallel zum Beschickungs- und Spülvorgang beginnt die Sauerstoffzufuhr über die O₂-Lanze, so dass die Probe in hochsauerstoffhaltige Atmosphäre fällt und so explosionsartig verbrennt.

Die Verbrennungsgase durchlaufen jetzt den Weg wie oben beschrieben.

Nach Beendigung der Beschickung erfolgt der Integrator-Reset (=Integrator-Reset-Verzögerung). Hierbei muss darauf geachtet werden, dass der Reset **vor** Beginn des N-Peaks erfolgt. Wenn nicht muss die Integrator-Reset-Verzögerung verringert werden.

Einige Sekunden nach dem Integrator-Reset beginnt der N-Peak. Die N-Integration ist dann beendet, wenn:

- die Peakerwartungszeit abgelaufen ist und
- das Detektorsignal kleiner als die Abschaltschwelle ist.

Nach dem Ende der Integration wird der Wert ins Menü übernommen und es erfolgt erneut ein Integrator-Reset.

Gleichzeitig wird die Absorptionssäule auf 90°C erhitzt und etwas zeitversetzt beginnt der CO₂-Peak.

Die C-Integration ist dann beendet, wenn:

- die Peakerwartungszeit abgelaufen ist und
- das Detektorsignal kleiner als die Abschaltschwelle ist.

Nach dem Ende der Integration wird der Wert ins Menü übernommen.

Anschliessend erfolgt das Aufheizen der Absorptions-Säule auf 210°C.

Die S-Integration ist dann beendet, wenn:

- die Peakerwartungszeit abgelaufen ist und
- das Detektorsignal kleiner als die Abschaltschwelle ist.

Nach dem Ende der Integration wird der Wert ins Menü übernommen.

Nach dem Integrator-Reset und dem Abkühlen der Säule ist die Analyse beendet.

Durchführung der Messung

Bedienungsanleitung:

1. PC einschalten
2. VARIO-El einschalten
3. Gase einschalten (O₂ und He)

Anklicken des Symbols. Je nach Zustand der Initialisierungsdateien vergeht eine gewisse Zeit, bis das Hauptfenster erscheint. Stellt das Programm fest, dass ein Analysator angeschlossen ist, erscheint zusätzlich ein Nachrichtenfenster mit der Meldung , dass die Module initialisiert werden.

Während der Aufheizzeit der Öfen können die ersten Proben eingewogen werden.

Nach Abarbeitung aller Proben geht das Gerät in den Schlafzustand.(siehe Statutsfeld)

10. Aufbau eines ICP-Atomemissions-Spektrometers (ICP-AES)

Regina Müller

Von engl.: inductively coupled plasma (induktiv gekoppeltes Plasma) abgeleitete Abkürzung für ein in der Emissionsspektroskopie verwendetes Verfahren.

Allgemeines und Grundlagen der ICP - Spektroskopie

Die ICP - Messung ist eine leistungsfähige Messmethode, welche die AAS ergänzt, aber nicht ersetzt. Im Gegensatz zur AAS liefert die ICP-AES ausgezeichnete Nachweisgrenzen für Elemente wie P, S, B, Ti und W. Der Grund ist in der hohen Temperatur des Argonplasmas zu suchen, welches für die Anregung zur Atomemission eingesetzt wird.

Die ICP-AES ist die Methode der Wahl, wenn es um die Simultanmessung von bis zu 10 Elementen in wenig Flüssigprobe und kurzen Messzeiten geht.

Der nutzbare Wellenlängenbereich liegt zwischen 160 - 800 nm.

Das Funktionsprinzip der ICP beruht auf der Ionisierung eines Gases (Argon) im Feld der Induktionsspule eines Hochfrequenzgenerators, die um ein Quarzrohr gelegt ist. Abbildung 1 zeigt den Querschnitt durch den ICP-Brenner. Das Gas besteht aus einer nach außen elektrisch neutralen Masse von positiv geladenen Kernen und negativ geladenen freien Elektronen. Dieser Zustand der Materie wird als Plasma bezeichnet. Ein Plasma, das ausreichend heiß für eine Fusion ist, kann nicht mit gewöhnlichen Materialien zusammengehalten werden. Es würde sehr schnell abkühlen, und die Gefäßwände würden bei diesen Temperaturen verdampfen. Da jedoch das Plasma aus geladenen Teilchen besteht, kann es durch ein Magnetfeld zusammengehalten werden.

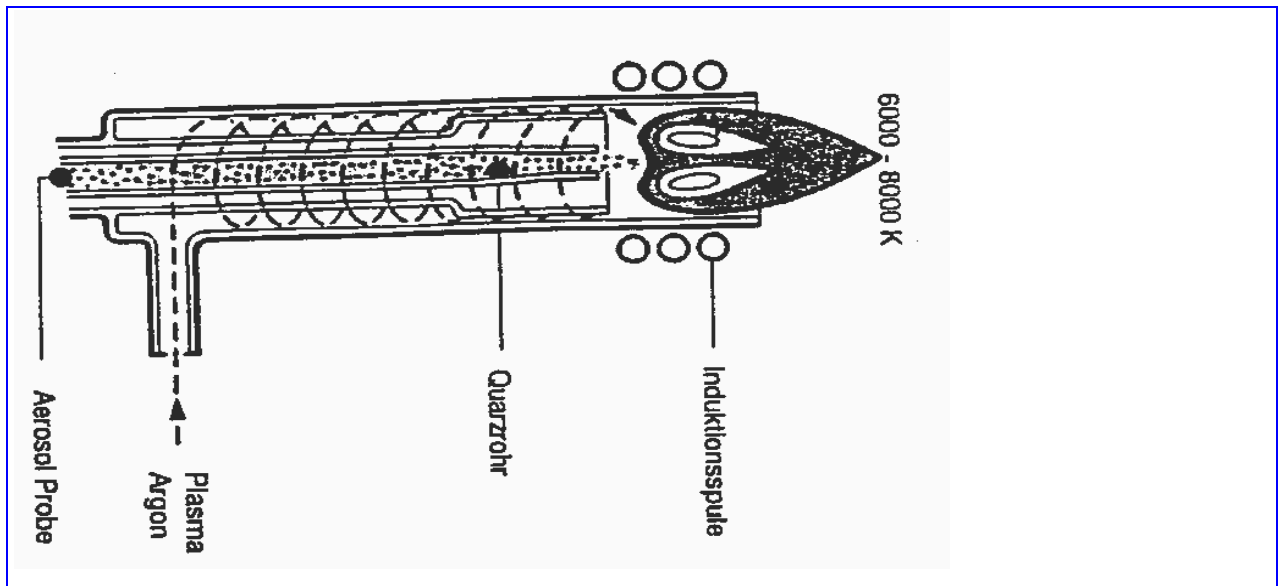


Abb.1 ICPAES Querschnitt durch den ICP-Brenner

Eine Besonderheit dieser ICP-Konstruktion ist, dass sich das Argonplasma ringförmig ausbildet und das im inneren Quarzrohr zugeführte Trägergas mit dem Probenaerosol axial in das Plasma eindringen kann. Durch die lange Verweilzeit der Probe im Argonplasma und den dort herrschenden hohen Temperaturen (6000 K- 8000 K) wird mit dem ICP ein sehr hoher Anregungsgrad erzielt. Die im Plasma gebildeten angeregten Atome senden Licht mit charakteristischen Wellenlängen aus, das als Emissionsspektrum am Echelle-Monochromator registriert wird (Abb.2).

1	2	3a	4a	5a	6a	7a	8	1a	2a	3	4	5	6	7	0		
1 H 1.008		Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry														2 He 4.003	
3 Li 6.941	4 Be 9.012	29 Cu 63.55 ATOMIC NUMBER SYMBOL ATOMIC WEIGHT										5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.01	8 O 16.00	9 F 19.00	10 Ne 20.17
11 Na 22.99	12 Mg 24.31	21 Sc 44.96	22 Ti 47.90	23 V 50.94	24 Cr 51.99	25 Mn 54.94	26 Fe 55.85	27 Co 58.93	28 Ni 58.71	29 Cu 63.55	30 Zn 65.37	31 Ga 69.72	32 Ge 72.59	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 79.90	36 Kr 83.80
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.91	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.94	43 Tc 98.91	44 Ru 101.1	45 Rh 102.9	46 Pd 106.4	47 Ag 107.9	48 Cd 112.4	49 In 114.8	50 Sn 118.7	51 Sb 121.7	52 Te 127.6	53 I 126.9	54 Xe 131.3
55 Cs 132.9	56 Ba 137.3	L	72 Hf 178.5	73 Ta 180.9	74 W 183.8	75 Re 186.2	76 Os 190.2	77 Ir 192.2	78 Pt 195.1	79 Au 197.0	80 Hg 200.6	81 Tl 204.4	82 Pb 207.2	83 Bi 209.0	84 Po 209	85 At 210	86 Rn 222
87 Fr 223	88 Ra 226.0	A															
L	57 La 138.9	58 Ce 140.1	59 Pr 140.9	60 Nd 144.2	61 Pm 145	62 Sm 150.4	63 Eu 151.9	64 Gd 157.3	65 Tb 158.9	66 Dy 162.5	67 Ho 164.9	68 Er 167.3	69 Tm 168.9	70 Yb 173.0	71 Lu 175.0		
A	89 Ac 227	90 Th 232.0	91 Pa 231.0	92 U 238.0	93 Np 237.0	94 Pu 244	95 Am 243	96 Cm 247	97 Bk 247	98 Cf 251	99 Es 254	100 Fm 257	101 Md 258	102 No 259	103 Lr 260		

Abb.2 Analysenelemente des PU 7000

AUFBAU DES ICP – SPEKTROMETERS UNICAM PU 700

(SEIT JULI 2008 AUSGESONDERT)

Ein ICP-Atomemissionsspektrometer setzt sich aus mehreren Einheiten zusammen, wie aus der Abbildung 4 zu entnehmen ist.

Auf die einzelnen Bauteile soll im folgenden kurz eingegangen werden.

➤ HF-GENERATOR

Der Hochfrequenzgenerator liefert eine Leistung bestimmter Frequenz an die HF-Spule des Plasmabrenners. Die meisten Generatoren arbeiten bei einer Frequenz von 40 MHz und einer Leistungsabgabe bis zu 1500 Watt.

➤ PLASMABRENNER

Die Plasmafackel besteht wie aus Abbildung 1 ersichtlich, aus drei konzentrischen Quarzrohren. Im innersten Rohr wird die zerstäubte Probe von einem Argonstrom in das Plasma transportiert (Aerosoltränergas). Über das mittlere Rohr wird Argon als Hilfsgas (nur beim Zerstäuben organischer Lösungen) und im äusseren das Plasmagas zugeführt. Das Plasmagas übernimmt dabei sowohl die Funktion der Plasmabildung als auch der Kühlung.

➤ ZERSTÄUBERSYSTEM

Aufgabe des Zerstäubers ist es, ein möglichst fein verteiltes Aerosol zu erzeugen. Die Probe wird mit Hilfe einer peristaltischen Pumpe dem Zerstäuber zugeführt. Im Zerstäuber (Grid-Zerstäuber) sind zwei feine Platinnetze hintereinander geschaltet, welche eine doppelte Feinverteilung der Probe ermöglichen.

➤ MONOCHROMATOR

Monochromatoren haben die Aufgabe, die für die Elementmessung ausgewählte Spektrallinie von den benachbarten Spektrallinien anderer Elemente abzutrennen, um so spektrale Interferenzen zu vermeiden.

Das Licht des Plasmas trifft nach dem Eintrittsspalt auf den Kollimatorspiegel und wird dann auf das Echellegitter fokussiert. Wie alle Gitter, spaltet das Echellegitter das eingestrahlte Licht horizontal in die jeweiligen Wellenlängen auf. Nach dem Gitter durchstrahlt das Licht eine Kombination von Prisma und Linse, wo die überlappenden Linien aufgetrennt werden. Die Blendenplatte weist tausende von Austrittsspalten auf und die Wellenlängenselektion erfolgt über einen beweglichen Photomultiplier (Abb.3).

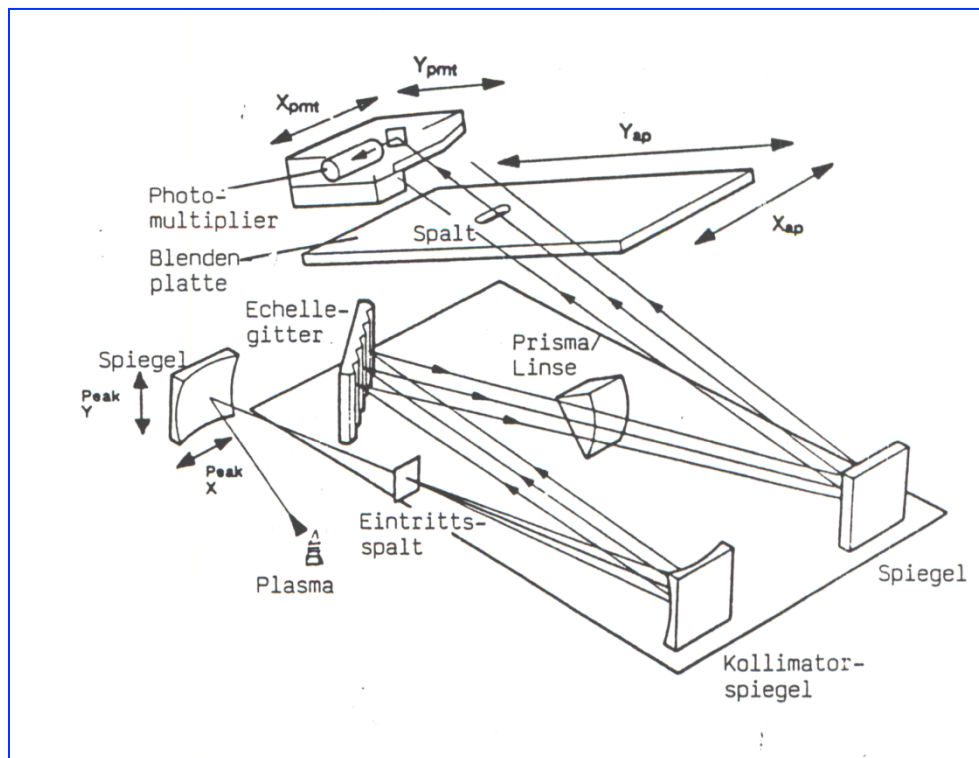


Abb.3 Aufbau Echelle-Monochromator

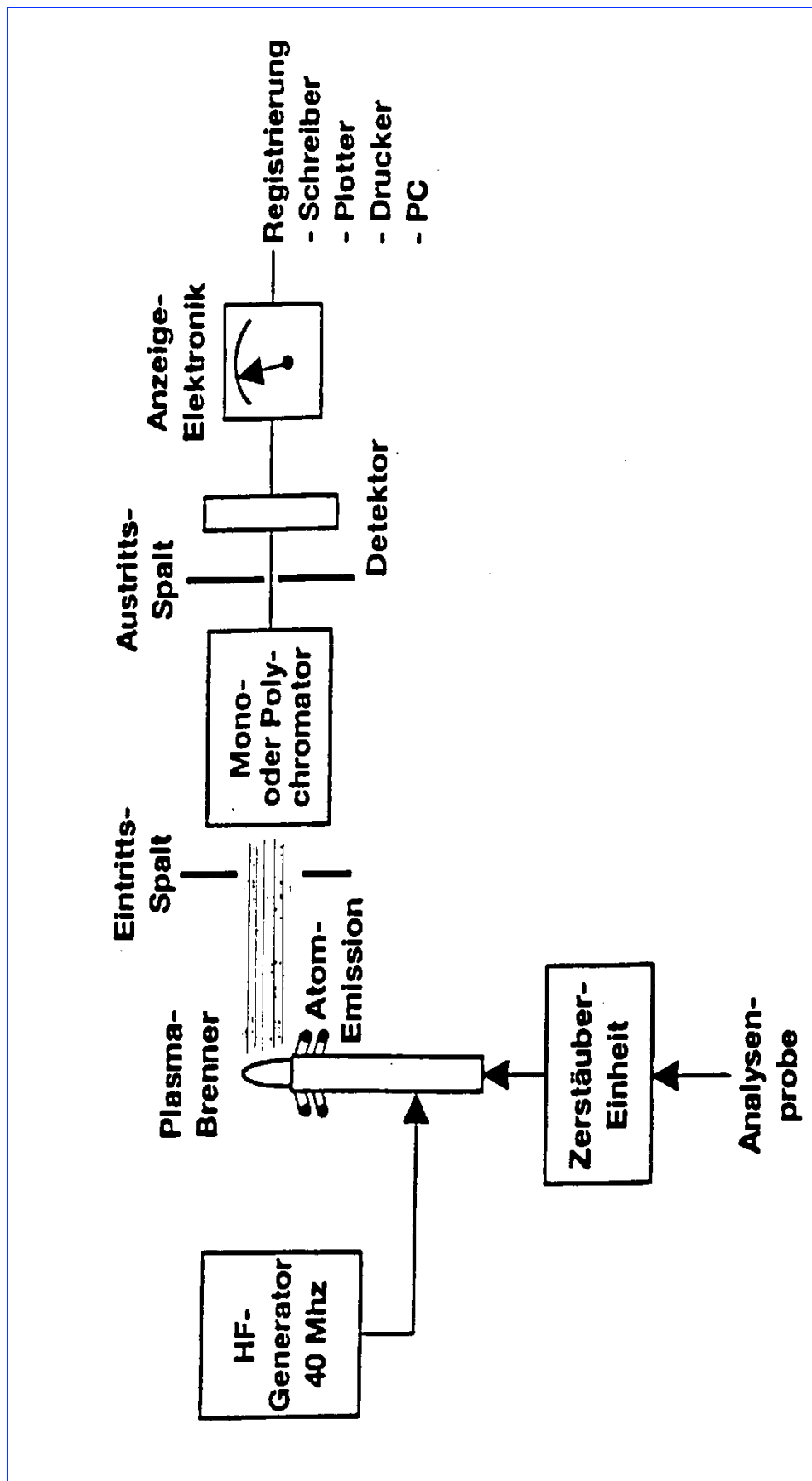


Abb.4 Schematischer Aufbau eines ICP-Atomemissions-Spektrometers

Aufbau des ICP – Spektrometers ICAP von Thermo

(seit Juli 2008 in Betrieb)

Auszüge aus dem Manual“**Spektrometerserie iCAP 6000** **Anwenderhandbuch** für Hardware und Software



Der größte Unterschied eines modernen ICP-Spektrometers zu einem älteren Model ist der Detektor.

Das iCAP besitzt ein Charge Injektion Device (CID)-Detektor vom Typ CID86 in CMOS-Technologie. Die Optik ist in der Abbildung 3 dargestellt.

Im Gegensatz zu CCD-Detektoren wird beim CID auf einzelne Pixel oder Pixelgruppen durch direkte Adressierung ähnlich der eines RAM's zugegriffen. Die Ladungen der einzelnen Pixel können dabei während der Belichtung ermittelt werden. 70 % vor der Sättigung, wird der Pixel ausgelesen, die Ladung zwischengespeichert und dann neu aufgeladen bis die vorgegebene Integrationszeit abgearbeitet ist.

Auf Grund dieser Tatsache dürfen benachbarte Pixel sehr hohe Intensitätsunterschiede besitzen, ohne dass Auslesefehler auftreten.

Bei CCD's erfolgt die Auslesung zeilenweise, d.h. alle Ladungen werden durch die gesamte Zeile geschoben. Falls die Ladung eines Pixels in der Zeile zu deren Sättigung führt, wird die gesamte Zeile und eventuell benachbarte Zeilen gesättigt. Diesen Vorgang nennt man Blooming-Effekt.

Detektoren, die in der ICP-Spektrometrie eingesetzt werden, besitzen dann mehr oder weniger wirksame Maßnahmen zur Blooming-Prevention.

Der CID besitzt 540 x 540 Pixel (~ 300,000 Pixel) und Abmaße von 14.5 x 14.5 mm. Der dynamische Messbereich mit Auslesung beträgt ca. 2.500.000 Cts/s. Der CID-Chip ist auf einem 3-stufigen Peltier-Element gelötet. Die Betriebstemperatur beträgt ca. -45°C.

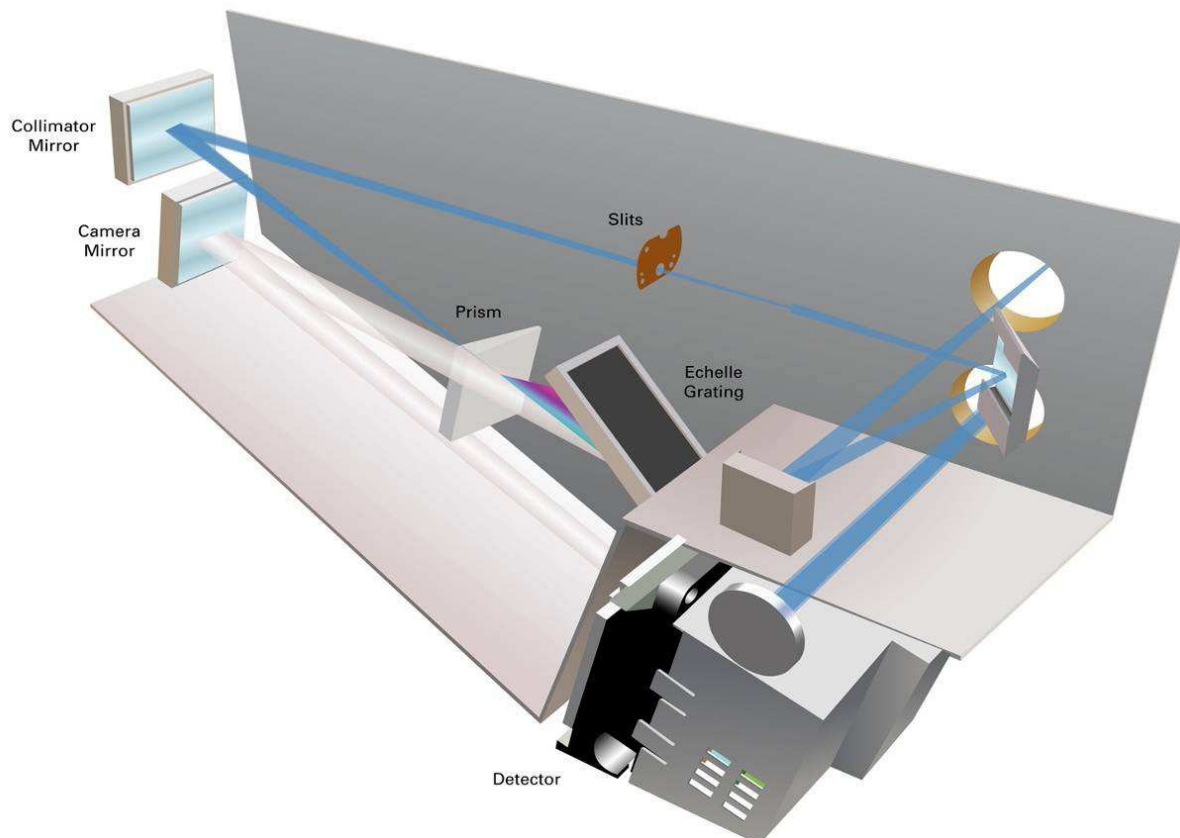


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Voroptik zur Selektion der Plasmabetrachtung und der Echelle-Optik

Ein weiterer Unterschied zum Unicam PU 700 liegt in der frei wählbaren Betrachtung des Plasmas.

Die axiale Plasmabetrachtung ist auf einen Bereich um 12 mm über der Spule fokussiert. Es gelangen jedoch auch Emissionen in die Optik, die aus dem Probenkanal kommen. In diesem Gebiet liefern die Alkalien besonders hohe Intensitäten. Gleichzeitig ist zu beachten, dass Alkalielemente im Plasma zu 99.9 % ionisiert sind. Nur die 0.1 % Atome senden das Spektrum aus. Gleichzeitig unterliegt dieser geringe Anteil emittierender Spezies im verhältnismäßig „kühlen“ Probenkanal den Ionisationsgleichgewichten wie zum Beispiel mit Calcium. Die Emissionsintensität wird daher stark von der Matrix beeinflusst. Die Kompensation dieser Ionisationseffekte kann mittels eines Cs-Puffers erfolgen, der allerdings in der Größenordnung von 5 bis 10 g/L zugegeben werden muss. Da die Reinheitsanforderungen (suprapur) relativ hoch

LS BoRe fra

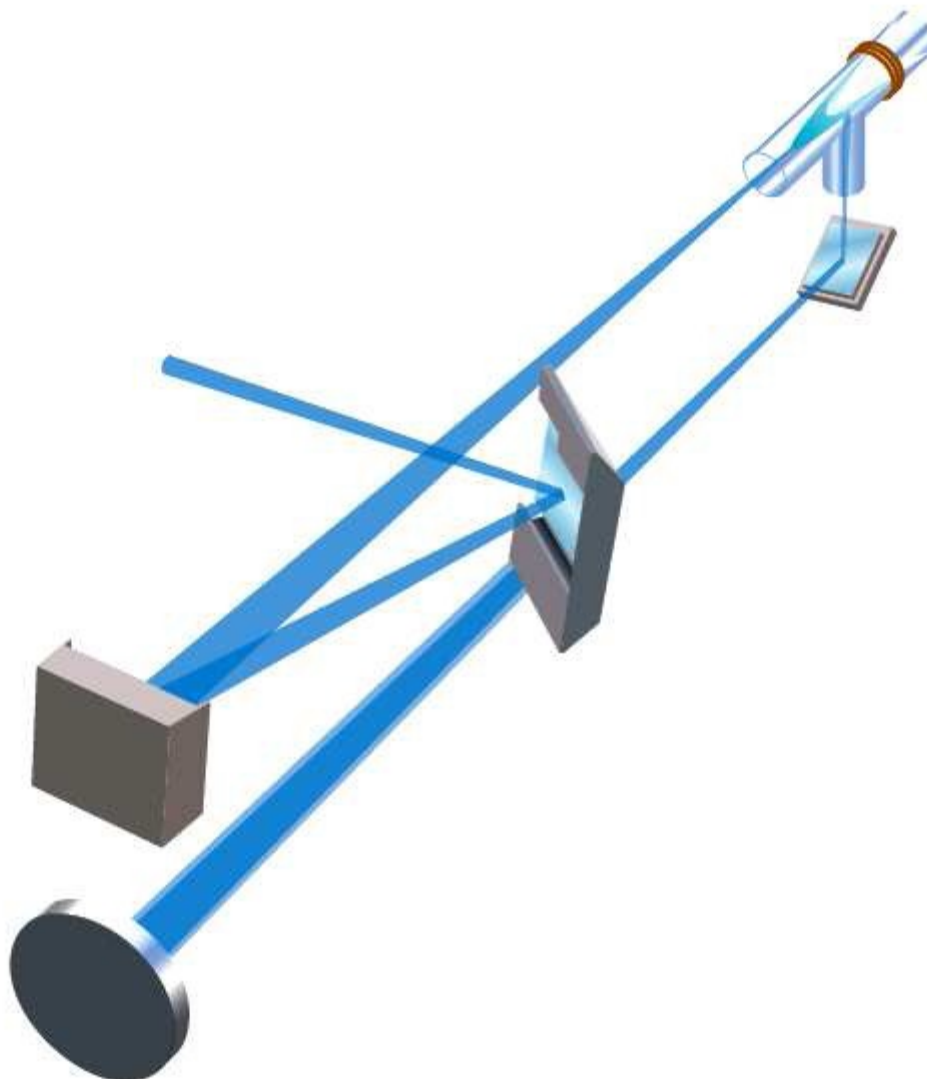


Abbildung 3-6: Optischer Weg bei der DUO-Option

Die radiale Plasmabetrachtung wird für Applikationen verwendet, die nicht das Letzte an absoluter Nachweisempfindlichkeit verlangen. Bei einem optimalen Signal-Untergrund-Verhältnis bei hohen Matrixkonzentrationen, insbesondere wenn Metall- oder sonstige Abscheidungen an der Torch möglich sind, ist diese Art und Weise der Messung besonders geeignet. Das Prinzip der radialen Betrachtung ist in der folgenden Abbildung dargestellt.

Die radiale Plasmabetrachtung kann in einen Bereich von 8 bis 21 mm über der Spule fokussiert werden. Diese Einstellung kann in der Software vorgenommen werden.

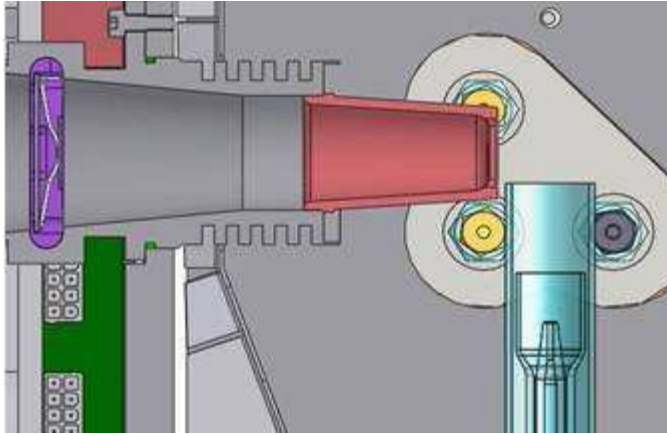


Abbildung 3-7: Technisches Schema der radialen Betrachtung

GHS – Globally Harmonised System: neue Piktogramme für gefährliche Stoffe

2 Gefahrenpiktogramme

Mit GHS werden für die Kennzeichnung von gefährlichen Stoffen und Gemischen völlig neue Piktogramme eingeführt. Die bisherigen Gefahrensymbole auf orangegelbem Grund werden durch Gefahrenpiktogramme ersetzt, die die Form eines auf der Spitze stehenden Quadrates mit einem roten Rahmen aufweisen, das ein schwarzes Symbol auf weißem Hintergrund enthält.

Insgesamt gibt es nach GHS neun verschiedene Gefahrenpiktogramme. Die jeweiligen Gefahrenpiktogramme müssen auf dem Kennzeichnungsetikett angegeben werden. Wie das bisherige Einstufungs- und Kennzeichnungssystem sieht auch GHS nicht für jeden gefährlichen Stoff grundsätzlich ein Piktogramm vor. Das heißt, dass für die „schwächeren“ Gefahrenkategorien im Einzelfall die Zuordnung zu einem Gefahrenpiktogramm entfällt. In Tabelle 2 finden Sie eine Übersicht der neuen Gefahrenpiktogramme und eine Gegenüberstellung mit den bisherigen Gefahrensymbolen. Nicht für jedes der neuen Gefahrenpiktogramm gibt es Entsprechungen: In Teilen werden mit GHS völlig neue Symbole eingeführt (z.B. Symbol mit einer Gasflasche für „Gase unter Druck“ oder ein Ausrufezeichen). Genauso wird es keine Entsprechungen für eines der bisherigen Gefahrensymbole geben (so wird es nach GHS kein Piktogramm mit einem Andreaskreuz geben).

Piktogramm	Symbol	Wirkungsbeispiele	Sicherheit
	Explodierende Bombe GHS01	Explodieren durch Feuer, Schlag, Reibung, Erwärmung; Gefahr durch Feuer, Luftdruck, Splitter.	Nicht reiben oder stoßen, Feuer, Funken und jede Wärmeentwicklung vermeiden.
	Flamme GHS02	Sind entzündbar; Flüssigkeiten bilden mit Luft explosionsfähige Mischungen; erzeugen mit Wasser entzündbare Gase oder sind selbstentzündbar.	Von offenen Flammen und Wärmequellen fernhalten; Gefäße dicht schließen; brandsicher aufbewahren.
	Flamme über Kreis GHS03	Wirken oxidierend und verstärken Brände. Bei Mischung mit brennbaren Stoffen entstehen explosionsgefährliche Gemische.	Von brennbaren Stoffen fernhalten und nicht mit diesen mischen; sauber aufbewahren.
	Gasflasche GHS04	Gasflaschen unter Druck können beim Erhitzen explodieren, tiefkalte Gase erzeugen Kälteverbrennungen.	Nicht erhitzen; bei tiefkalten Gasen Schutzhandschuhe und Schutzbrille tragen.
	Ätzwirkung GHS05	Zerstören Metalle und verätzen Körpergewebe; schwere Augenschäden sind möglich.	Kontakt vermeiden; Schutzbrille und Handschuhe tragen. Bei Kontakt Augen und Haut mit Wasser spülen.

	Totenkopf mit Knochen GHS06	Führen in kleineren Mengen sofort zu schweren gesundheitlichen Schäden oder zum Tode.	Nicht einatmen, berühren, verschlucken. Arbeitsschu tragen. Sofort Gift- informationszentru oder Arzt anrufen. Stabile Seitenlage
	Ausrufezeichen GHS07	Führen zu gesundheitlichen Schäden, reizen Augen, Haut oder Atemwegsorgane. Führen in größeren Mengen zum Tode.	Wie oben; bei Hautreizungen oder Augenkontakt mit Wasser oder geeignetem Mittel spülen.
	Gesundheits- gefahr GHS08	Wirken allergieauslösend, krebserzeugend (carcinogen), erbgutverändernd (mutagen), fortpflanzungsgefährdend und fruchtschädigend (reprotoxisch) oder organschädigend.	Vor der Arbeit mit solchen Stoffen mu man sich gut informieren; Schutzkleidung und Handschuhe, Augen- und Mundschutz oder Atemschutz tragen.
	Umwelt GHS09	Sind für Wasserorganismen schädlich, giftig oder sehr giftig, akut oder mit Langzeitwirkung.	Nur im Sondermüll entsorgen, keinesfalls in die Umwelt gelangen lassen.

Tabelle 1:

GHS-Gefahrenklassen gültig ab 2010

Gefahrenklassen für physikalische Eigenschaften

- explosive Stoffe/Gemische und Erzeugnisse mit Explosivstoff
- entzündbare Gase
- entzündbare Aerosole
- oxidierende Gase
- Gase unter Druck
- entzündbare Flüssigkeiten
- entzündbare Feststoffe
- selbstzersetzliche Stoffe und Gemische
- pyrophore Flüssigkeiten
- pyrophore Feststoffe
- selbsterhitzungsfähige Stoffe und Gemische
- Stoffe und Gemische, die in Berührung mit Wasser entzündbare Gase entwickeln
- oxidierende Flüssigkeiten
- oxidierende Feststoffe
- organische Peroxide
- korrosiv gegenüber Metallen

Gefahrenklassen für toxische Eigenschaften

- akute Toxizität
- Ätz-/Reizwirkung auf die Haut
- schwere Augenschädigung/Augenreizung
- Sensibilisierung der Atemwege oder der Haut
- Keimzellmutagenität
- Karzinogenität
- Reproduktionstoxizität
- spezifische Zielorgan-Toxizität (einmalige Exposition)
- spezifische Zielorgan-Toxizität (wiederholte Exposition)
- Aspirationsgefahr

Gefahrenklassen für ökotoxische Eigenschaften

- gewässergefährdend • die Ozonschicht schädigend (EU)

Reinstwasser, VE-Wasser, Osmosewasser – worin liegt der Unterschied?

Je nach Herstellung und Qualität können unterschiedliche Bezeichnungen VE-Wasser beschreiben.

Destilliertes Wasser ist wohl noch der geläufigste Begriff, da vollentsalztes Wasser in der Vergangenheit mittels Destillation hergestellt wurde. Da dieses Verfahren sehr teuer ist, werden überwiegend Umkehrosmose oder Ionenaustauscher zur VE-Wasser Erzeugung eingesetzt.

Das Reinstwasser am Lehrstuhl Bodenschutz und Rekultivierung , welches während des Praktikums verwendet wird, entsteht durch Umkehrosmose und anschließend Ionenaustausch. Das dest. Wasser aus dem Hahn wird durch Umkehrosmose hergestellt und wird VE oder dest. -Wasser genannt.

Bezeichnung und Begriffe

Leitfähigkeit	μS (Micro Siemens)	ist der Kehrwert des elektrischen Widerstandes also $1/\text{Ohm}$. 18,2 M Ω entsprechen 0 μS .
Gesamthärte	in $^{\circ}\text{GH}$ (Grad Gesamthärte)	gibt den Kalkgehalt an. 0 $^{\circ}\text{GH}$ (Grad Gesamthärte) wäre kalkfreies Wasser.
Destilliertes Wasser	<0 – 10 μS	wird meist durch Ionenaustausch oder Umkehrosmose erzeugt.
Reinstwasser	0 – 2 μS	kann nur durch Ionenaustausch oder mit vorgeschalteter Umkehrosmose erzeugt werden.
Osmosewasser	5 – 50 μS	je nach Osmosemodul und Aufbau
VE-Wasser	0 – 50 μS	also vollentsalztes Wasser erzeugt durch Ionenaustausch oder Umkehrosmose.
Trinkwasser		Bundesdurchschnitt $\sim 800\mu\text{S}$
Meerwasser		> 30.000 μS