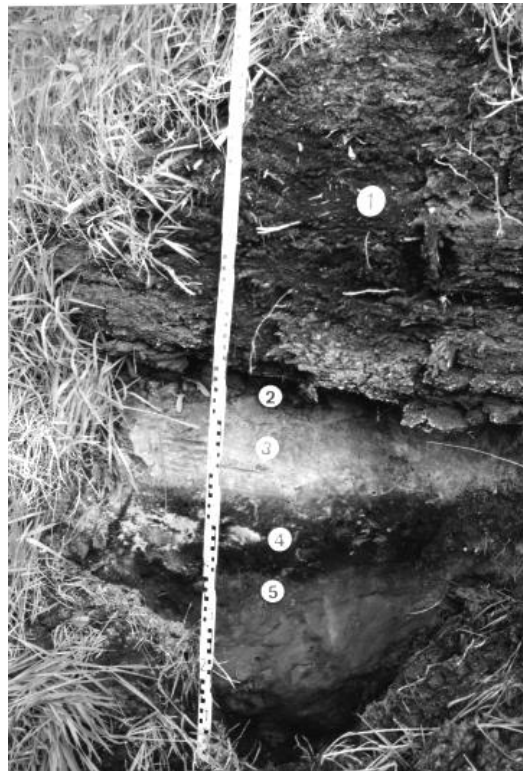


# Bodenkundliches



# Grundpraktikum

**Praktikumsleitung:** Prof. Dr. Luise Giani

**Techn. Assistenz:** Anke Würdemann-Bruns

# Inhalt

1	Einleitung.....	3
2	Probennahme im Gelände.....	4
3	Aufbereitung der Proben.....	5
4	Untersuchung der Volumenproben .....	6
4.1	Wassergehalt, Poren- und Substanzvolumen, Feldkapazität und Bodendichte .....	6
4.2	Ermittlung der gesättigten Wasserleitfähigkeit .....	7
5	Untersuchungen zur biologischen Aktivität .....	8
5.1	Erfassung der Makro- und Megafauna.....	8
5.2	Bodenatmung (CO <sub>2</sub> -Abgabe des Bodens).....	8
6	Korngrößenbestimmung .....	9
6.1	Fingerprobe .....	9
6.2	Quantitative Korngrößenbestimmung mittels Sieb- und Schlämmanalyse .....	11
7	Bestimmung der austauschbaren Kationen (aK) und der Kationenaustauschkapazität (KAK) .....	13
7.1	Austauschbare Kationen .....	13
7.2	Kationenaustauschkapazität .....	14
8	Bestimmung der austauschbaren Anionen .....	14
8.1	Bestimmung von austauschbarem Phosphat (DL-Methode) .....	14
8.2	Bestimmung von austauschbarem Nitrat.....	15
8.3	Bestimmung von austauschbarem Sulfat.....	15
9	Bestimmung der Eisenoxide .....	16
9.1	Bestimmung von dithionitlöslichem Eisen .....	17
9.2	Bestimmung von oxalatlöslichem Eisen .....	17
10	Bestimmung des Carbonatgehalts .....	18
10.1	Halbquantitative Carbonat-Bestimmung .....	18
10.2	Quantitative Carbonat-Bestimmung nach Scheibler.....	18
11	Bestimmung des Glühverlustes sowie des Kohlenstoff- und Stickstoffgehalts .....	19
11.1	Bestimmung des Glühverlustes bei 430°C.....	19
11.2	Bestimmung des Kohlenstoff- und Stickstoffgehalts .....	20
12	Bestimmung des pH-Wertes und der Pufferkapazität des Bodens.....	21
12.1	Bestimmung des pH-Wertes .....	21
12.2	Säureneutralisationskapazität, Basenneutralisationskapazität, Kalkbedarf.....	21
13	Allgemeine Grundlagen.....	22
13.1	Herstellen von Kalibrierstandards und Kalibrieren von Messgeräten .....	22
13.2	Auswertung und Statistik .....	22

# 1 Einleitung

Im Rahmen des Bodenkundlichen Grundpraktikums sollen grundlegende bodenkundliche Labormethoden erlernt, sowie die ermittelten Daten ausgewertet und interpretiert werden. Am Beispiel von typischen Böden Nordwestdeutschlands werden charakteristische Bodeneigenschaften untersucht und die Böden hinsichtlich ihrer ökologischen Funktionen bewertet.

Die Ansprache der Böden und Bodenhorizonte und die Probenahme erfolgt nach KA5 (Ad-hoc-AG Boden, 2005).

Das vorliegende Praktikumsskript enthält grundlegende bodenkundliche Untersuchungsverfahren und stellt somit eine bodenkundliche Methodensammlung dar, die auch im Rahmen von Bachelor- und Masterarbeiten verwendet werden kann.

Aus organisatorischen Gründen (Zeit, Geräte, Platz) werden im Praktikum einige Untersuchungsmethoden modifiziert durchgeführt, so dass sich Abweichungen zu DIN- und Standardmethoden ergeben.

## **Arbeiten im Labor**

### **Umgang mit Geräten**

- ✓ Unbekannte Geräte nicht allein bedienen
- ✓ Gebrauchsanweisung beachten
- ✓ Reinigungsvorschriften beachten
- ✓ Geräte sauber hinterlassen
- ✓ Glasgeräte und PE-Flaschen beschriften (Inhalt, Datum, Name)

### **Umgang mit Chemikalien**

- ✓ Gefahrenhinweise beachten (Gefahrenpiktogramme etc.)
- ✓ Entsprechende Sicherheitsvorkehrungen treffen
- ✓ Sauber arbeiten, auftretende Verunreinigungen sofort beseitigen
- ✓ Vorschriften zur Abfallbeseitigung einhalten

### **Abfallbeseitigung**

- ✓ Metallsalzlösungen in Kanister „anorganische Salze“
- ✓ Basische Lösungen in Kanister „Laugen“
- ✓ Saure Lösungen in Kanister „Säuren“
- ✓ Giftige Abfälle getrennt entsorgen
- ✓ Giftige Abfälle unter Abzug einfüllen und lagern
- ✓ Glasbruch in den bereitgestellten Blecheimer

### **Spülen und Aufräumen**

- ✓ Angesetzte Lösungen in beschrifteten Vorratsflaschen lagern (nicht in Messkolben!)
- ✓ Lösungsreste entsorgen
- ✓ Arbeitsplatz sauber hinterlassen
- ✓ Vor dem Spülen Beschriftungen entfernen
- ✓ Benutzte Gegenstände spülen, trocknen und einräumen

### **Erste Hilfe**

Machen Sie sich vor Arbeitsbeginn kundig, wo und in welcher Form Sie Erste Hilfe erhalten: Notdusche, Augendusche, Feuermelder, Feuerlöscher, Decke, Sand, Erste-Hilfe-Kasten.

### **Bei Unklarheiten und Fragen wenden Sie sich an die Betreuer!**

## 2 Probennahme im Gelände

### Grundlagen

Alle im Labor ermittelten Analyseergebnisse müssen auf das im Gelände erfasste Profil bezogen werden. Die Profilaufnahme und die Probennahme im Gelände sollten somit so erfolgen, dass sich die Verhältnisse im Bodenprofil möglichst genau rekonstruieren lassen. Jeder Beprobung gehen daher eine Horizontansprache nach der KA5 (Ad-hoc -AG Boden, 2005) und eine Ermittlung der Horizontmächtigkeiten voraus.

Für die Bestimmung gefügeabhängiger Merkmale werden Proben in ungestörter Lagerung (sog. **Volumenproben**) entnommen. Für alle anderen Untersuchungen werden **Mischproben** genommen. Meistens erfolgt die Beprobung aus den einzelnen Horizonten.

Für andere Fragestellungen, z.B. im Rahmen von Bachelor- und Masterarbeiten, kann es vereinzelt erforderlich sein unabhängig von der Horizontierung **tiefendifferenzierte Beprobungen** durchzuführen. Eine Bodenansprache anhand eines Leitprofils für den Untersuchungsraum wird in der Regel trotzdem durchgeführt.

### Entnahme von Proben ungestörter Lagerung (Volumenproben)

Proben in ungestörter Lagerung werden mit Hilfe von Stechzylindern, starkwandigen Stahlzylindern (100 ml Inhalt) mit geschärfter Unterkante entnommen. Dazu wird ein Stechzylinder mit einem Aufsatzisen und einem Gummihammer senkrecht von oben (Oberboden) oder waagrecht in die Profilwand (Unterboden) getrieben bis sich die Zylinderoberkante etwas unter der Bodenoberfläche befindet. Die Stechzylinder werden mit einem Messer vorsichtig freigelegt und mit einer Schaufel oder einem Spaten ausgehoben. Der an beiden Seiten überstehende Boden wird plan mit der Zylinderkante abgeschnitten, der Zylinder von außen gesäubert und mit Deckeln verschlossen. Die im Zylinder eingestanzte Bezeichnung wird zusammen mit den anderen Angaben zu dem beprobten Bodenhorizont notiert.

### Entnahme von Mischproben

Zur Entnahme **horizontbezogener Mischproben** wird mit Hilfe einer Schaufel an mehreren Stellen innerhalb eines Horizonts Probenmaterial entnommen, in einem Plastikbeutel gesammelt und gut vermischt (insgesamt 250 – 500 g). Die Plastikbeutel werden eindeutig beschriftet. Die Beschriftung umfasst Angaben zum Standort, zum Profil, zum Bodenhorizont, der Gruppe/dem Bearbeiter sowie das Datum.

Die Entnahme **tiefenbezogener Mischproben** erfolgt analog, indem Material an verschiedenen Stellen je nach Fragestellung aus definierten Beprobungstiefen entnommen wird.

### 3 Aufbereitung der Proben

#### Grundlagen

Die **feldfrischen** Misch- und Volumenproben besitzen denselben Wassergehalt wie der entsprechende Bodenhorizont zur Zeit der Probennahme. Untersuchungen, die den Wassergehalt oder eine von ihm abhängige Größe erfassen, müssen daher an feldfrischen Proben vorgenommen werden (siehe Kapitel 4). Andere Analysen werden wegen der einfacheren Lagerung mit Proben durchgeführt, deren Wassergehalt sich auf die Luftfeuchte des Raumes eingestellt hat (**lufttrockene (lutro) Proben**). Für einige Analysen ist es erforderlich zunächst **absolut trockenen (atro) Boden** herzustellen.

#### Herstellung von lufttrockenem Feinboden

Die **Mischproben** werden nach der Probennahme bei Raumtemperatur getrocknet. Um laufende Prozesse zu stoppen, sollten die Proben schnell, aber schonend durch Ausbreiten, häufiges Wenden sowie Zerdrücken von Aggregaten getrocknet werden.

Die so getrockneten **lufttrockenen (lutro) Mischproben** werden zerkleinert und durch ein Sieb mit einer Maschenweite von 2 mm gegeben. Bei sehr bindigen Proben (z.B. Marschboden) ist es notwendig die Aggregate mit einem Mörser oder einer Mühle zu zerstören. Durch die Siebung werden Feinboden (< 2 mm) und Bodenskelett (> 2 mm) sowie große Organismenreste (> 2 mm) voneinander getrennt. Da nur der Feinboden in den weiteren Analysen untersucht wird, ist es erforderlich, falls vorhanden, den Gewichtsanteil des Bodenskeletts an der Gesamtprobe zu ermitteln.

Wird **lutro Feinboden** in Analysen verwendet, muss parallel der Wassergehalt der Proben bestimmt werden, um die Ergebnisse auf absolut trockenen Boden (bei 105°C getrocknet) beziehen zu können.

#### Herstellung von absolut trockenem Feinboden

Ein Teil der lufttrockenen, gesiebten Mischproben wird bei 105° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet, um **absolut trockenen (atro) Feinboden** zu erhalten.

## 4 Untersuchung der Volumenproben

### 4.1 Wassergehalt, Poren- und Substanzvolumen, Feldkapazität und Bodendichte

#### Grundlagen

Das **Substanzvolumen** ist der Anteil an mineralischer und organischer Substanz eines bestimmten Bodenvolumens. Das **Porenvolumen** ist der entsprechende Anteil an Hohlräumen unterschiedlicher Größe und Gestalt.

Die **Porengrößenverteilung** kennzeichnet die Gehalte an Poren unterschiedlicher Größe am Gesamtvolumen.

Unter **Bodendichte** ( $d_B$ ), auch Trockenraumgewicht oder Lagerungsdichte genannt, versteht man das Verhältnis der trockenen Bodenmasse (nach Trocknung bei 105°C) zum Bodenvolumen. Die Bodendichte ist abhängig von der Dichte der festen Substanz und vom Porenvolumen. Ihre Werte liegen bei Mineralböden häufig zwischen 1,1 und 1,5 g cm<sup>-3</sup> und bei organischen Böden um 0,12 – 0,48 g cm<sup>-3</sup>. Die Dichte der festen Bestandteile ( $d_F$  = **Dichte der Festsubstanz**), ohne Berücksichtigung des Porenvolumens, beträgt bei Dominanz von Quarz dagegen etwa 2,65 g cm<sup>-3</sup>. Die organische Substanz hat eine Dichte der Festsubstanz ( $d_F$ ) von ca. 1,3 g cm<sup>-3</sup>.

Daneben ist die Wasserkapazität eine wichtige ökologische Größe. Als einfaches Maß dafür lässt sich die **Feldkapazität** oder "maximale Wasserkapazität" bestimmen. Diese entspricht dem Wassergehalt, den ein Boden gegen die Schwerkraft zu halten vermag (Haftwasser).

Die Bestimmung der o.g. Größen kann nur an ungestört lagernden Proben (Volumenproben) vorgenommen werden. Stechzylinder mit einem konstanten Volumen von 100 cm<sup>3</sup> sind üblich. Durch Trocknung bei 105°C wird das im Porensystem gebundene Wasser ausgetrieben (fester gebundenes Wasser gehört definitionsgemäß zum Substanzvolumen).

#### Durchführung

Feldfrische mit 100 cm<sup>3</sup> Stechzylinder genommene Proben mit Stechzylinder wiegen (**Frischgewicht**). Proben auf einer Seite mit einem Rundfilter, auf der anderen Seite mit einem Deckel verschließen und mit dem Rundfilter auf ein Gitter setzen. Mit dem Gitter bis zu etwa 1/3 der Höhe des Stechrings ins Wasser setzen. Nach etwa 1-2 Tagen ist der Boden wassergesättigt (Wasserglanz an der Bodenoberfläche). Die Proben mit dem Gitter aus dem Wasser herausnehmen und mindestens 30 Min. abtropfen lassen. Danach die Probe wiegen (**Nassgewicht**). Die Probe bei 105°C trocknen, im Exsikkator auskühlen lassen und erneut wiegen (**Trockengewicht**). Den Stechzylinder reinigen und leer wiegen (**Tara**).

#### Berechnungen

$$\text{Wassergehalt (Vol\%)} = \text{Frischgewicht (g)} - \text{Trockengewicht (g)}$$

$$\text{Feldkapazität (Vol\%)} = \text{Nassgewicht (g)} - \text{Trockengewicht (g)}$$

$$\text{Bodendichte (g cm}^{-3}\text{)} = \frac{\text{Trockengewicht (g)} - \text{Tara (g)}}{\text{Volumen des Stechzylinders (cm}^3\text{)}}$$

$$\text{Substanzvolumen (Vol\%)} = \frac{\text{Trockengewicht (g)} - \text{Tara (g)}}{\text{Dichte der Festsubstanz (g cm}^{-3}\text{)}}$$

$$\text{Porenvolumen (Vol\%)} = 100\% - \text{Substanzvolumen (\%)}$$

$$\text{Luftvolumen (Vol\%)} = \text{Porenvolumen (Vol\%)} - \text{Wassergehalt (Vol\%)}$$

$$\text{Wassergehalt (Gew\%)} = \frac{\text{Frischgewicht (g)} - \text{Trockengewicht (g)}}{\text{Frischgewicht (g)}} * 100$$

## 4.2 Ermittlung der gesättigten Wasserleitfähigkeit

### Grundlagen

Die Wasserleitfähigkeit ( $k_f$ -Wert) im wassergesättigten Zustand ist ein wichtiges Maß für die Beurteilung der Filtereigenschaften und der Dränwirksamkeit eines Bodens oder Horizonts. Sie ist abhängig von Größe, Zahl und Kontinuität der dränenden Poren ( $\varnothing > 10 - 50 \mu\text{m}$ ). Es besteht somit eine reziproke Beziehung zur Feldkapazität und deren Einflussgrößen.

### Durchführung

Die Bestimmung der gesättigten Wasserleitfähigkeit erfolgt an ungestört lagernden Proben (Stechzylinder Höhe 12 cm, Fläche 72,38 cm<sup>2</sup>, Durchmesser 9,6 cm). Die Schnittflächen werden plan hergestellt, ohne die Oberflächen zu verschmieren. Fehlstellen, nicht jedoch bodeneigene Makroporen, werden mit feinem Sand aufgefüllt. Zunächst wird die Probe über 24h mit Wasser aufgesättigt. Zur Messung wird der Stechzylinder oben und unten mit einem Filterpapier versehen und in die Apparatur eingespannt. Die Apparatur wird an das Schlauchsystem angeschlossen. Vor Beginn der Messung wird die Wassertemperatur bestimmt. Die Pumpe wird in Gang gesetzt und das System langsam mit Wasser gefüllt. Dabei ist darauf zu achten, dass das System dicht ist. Die konstante Höhe der Wassersäule wird bestimmt und die Hähne zum Zu- und Ablauf der Zylinder geöffnet. Unter den Ablauf wird ein Messzylinder gestellt. Die Messung beginnt erst, wenn sich ein konstanter Ausfluss eingestellt hat. Zur Messung wird das Volumen des in einer bestimmten Zeit (z.B. 1, 2, 5 Minuten) im Messzylinder aufgefangen Wassers bestimmt. Während der Messung ist der Wasserstand im System regelmäßig zu überprüfen.

Die Messung wird für jeden Zylinder mindestens so oft wiederholt bis mindestens 3-mal nacheinander ein relativ konstanter Wert gemessen wird.

Fehlerquellen sind Beschädigungen der Proben, Verschlämmung oder Öffnung von Makroporen im Versuchsverlauf, Inhomogenitäten z.B. durch hohe Skelettgehalte der Proben oder Randeffekte. Um abgesicherte Ergebnisse zu erhalten sollten mindestens 5, besser 8-10 Parallelproben gemessen werden.

### Berechnung und Interpretation

Die Berechnung des Wasserleitfähigkeits-Koeffizienten ( $k_f$ -Wert) erfolgt nach Darcy:

$$k_f \text{ (cm s}^{-1}\text{)} = \frac{V * l}{F * t * h}$$

V = perkoliertes Wasservolumen (cm<sup>3</sup>)  
 F = Fläche der durchströmten Säule (cm<sup>2</sup>)  
 t = Dauer der Perkolations (s)  
 l = Länge der Bodensäule (cm)  
 h = hydraulischer Gradient (cm)

Der hydraulische Gradient ist der Abstand zwischen Oberkante der Wassersäule und dem Auslass des Permeameters zu Beginn des Versuchs. Der  $k_f$ -Wert wird in cm d<sup>-1</sup> angegeben.

Klassifizierung der gesättigten Wasserleitfähigkeit			
$K_f$ - Wert [cm d <sup>-1</sup> ]	$K_f$ - Wert [cm s <sup>-1</sup> ]	Einstufung	Kurzzeichen
< 1	< 1,16 10 <sup>-5</sup>	sehr gering	$K_f 1$
1 - 10	1,16 10 <sup>-5</sup> - 1,16 10 <sup>-4</sup>	gering	$K_f 2$
10 - 40	1,16 10 <sup>-4</sup> - 4,63 10 <sup>-4</sup>	mittel	$K_f 3$
40 - 100	4,63 10 <sup>-4</sup> - 1,16 10 <sup>-3</sup>	hoch	$K_f 4$
>100	> 1,16 10 <sup>-3</sup>	sehr hoch	$K_f 5$

## 5 Untersuchungen zur biologischen Aktivität

### 5.1 Erfassung der Makro- und Megafauna

#### Grundlagen

Die Bodenfauna entspricht umgerechnet auf 1 ha der Masse von 10 - 20 Rindern. Die Artenvielfalt ist sehr groß. Ihre Bestimmung ist sehr schwierig. Im Rahmen dieses einführenden Praktikums soll deshalb nur eine orientierende Einordnung in Tiergruppen erfolgen.

#### Material und Geräte

Spaten, 1l- Stechringe, Kunststoffwannen, Schnappdeckelgläser (oder Petrischalen) und ggf. Binokular

#### Durchführung

Im Gelände werden 1l Stechringproben genommen. Dazu werden die Stechringe von der Bodenoberfläche ca. 20 cm in den Boden getrieben. Die Bodenproben werden aus den Stechringen in Plastiktüten überführt, die gut verschlossen ins Labor transportiert werden. Zur Untersuchung werden die Proben in eine Kunststoffwanne geschüttet und per Hand verlesen. Die Ansprache der Tiergruppen erfolgt nach dem Bestimmungsschlüssel.

#### Bestimmungsschlüssel

1. Tier wurmähnlich oder mit deutlich strukturiertem Körper, Beine und Flügel zumindest angedeutet, Tier beweglich: zu 2  
Tier nicht deutlich strukturiert, meist von derberer Außenhaut umgeben, die geringelt sein kann, nicht wurmähnlich, nicht beweglich: **Puppen, Kokons, Eier**
2. Beine fehlen, Gestalt wurmähnlich: zu 3  
Beine vorhanden: zu 6
3. mit Kriechsohle, schleimig: **Nackt- oder Gehäuseschnecke**  
ohne Kriechsohle: zu 4
4. Körperlänge übertrifft Körperdurchmesser weit, ausgeprägte Wurmform: zu 5  
Körper kürzer, meist weißlich, Vorderende meist spitz mit kurzen Mundhaken, Körper deutlich in max. 15 Segmente gegliedert: **Insektenlarven**
5. Ringelung fehlt: **Fadenwürmer**  
Ringelung vorhanden, bei schwach ausgebildeter Ringelung, Würmer nicht länger als 1,5 cm und glasartig hell: **Ringelwürmer**
6. Beine eng an Körper anliegend, Flügelanlagen und Kopf erkennbar: **Insektenspuppen**  
Beine frei beweglich: zu 7
7. mehr als 4 Beinpaare: zu 8  
4 oder weniger Beinpaare: zu 9
8. typische Asselform, nur ein Beinpaar pro Segment: **Asseln**  
Tiere nicht asselähnlich, wenn asselähnlich, dann 2 Beinpaare pro Segment: **Tausendfüßler**
9. 4 Beinpaare: **Spinnen**  
3 Beinpaare: **Insekten und Insektenlarven**

### 5.2 Bodenatmung (CO<sub>2</sub>-Abgabe des Bodens)

#### Grundlagen

Infolge der Atmung von Organismen der Bodenfauna (Bakterien, Pilze, Kleinlebewesen) und der Wurzelatmung geben Böden CO<sub>2</sub> an die Atmosphäre ab („Bodenatmung“). Die Höhe der CO<sub>2</sub>-Abgabe ist u.a. abhängig von der Populationsdichte der Organismen und der Durchwurzelungsintensität und somit ein Maß für die biotische Aktivität eines Bodens.

Die im Labor ermittelte CO<sub>2</sub>-Abgabe lässt sich allerdings nicht unmittelbar auf die Situation am Standort übertragen, da zum einen die Wurzelatmung fehlt und wichtige Parameter wie Wassergehalt, Temperatur und Gefüge verändert sind.



### Material und Reagenzien

- ✓ 0,2 M NaOH (Natronlauge)
- ✓ 0,2 M HCl (Salzsäure)
- ✓ Phenolphthaleinlösung
- ✓ Parafilm
- ✓ Weckgläser

### Durchführung

100 g **Frischboden** (parallel den aktuellen Wassergehalt der Probe bestimmen) werden in ein Weckglas eingewogen. In die Mitte des Weckglases wird ein Becherglas mit 20 ml 0,2 M NaOH und 2 Tropfen Phenolphthaleinlösung gestellt. Das Weckglas wird mit einem Glasdeckel und Parafilm luftdicht verschlossen und der Boden nun 24 Std. bei 25° C inkubiert. Parallel wird ein Weckglas mit NaOH-Phenolphthaleinlösung ohne Bodenmaterial verschlossen und ebenfalls inkubiert (Blindversuch). Nach Ende der Inkubation wird in die NaOH-Lösung unter langsamem Rühren und tropfenweiser Zugabe von 0,2 M HCl aus einer Bürette bis zum Entfärben der Probe bzw. bis zum pH 7 titriert.

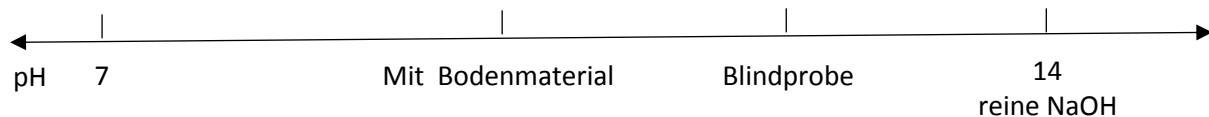
### Reaktion im Weckglas

1. Das entweichende CO<sub>2</sub> löst sich in wässriger Lösung und reagiert zu Kohlensäure:  
$$\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \leftrightarrow \text{H}_2\text{CO}_3$$
2. Die Kohlensäure reagiert mit der Natronlauge zu Natriumcarbonat und fällt aus:  
$$2 \text{NaOH} + \text{H}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 \downarrow + 2 \text{H}_2\text{O}$$

Durch diese Reaktion sinkt der pH-Wert der Natronlauge.

### Reaktion bei Rücktitration

3. Nach Beendigung des Versuchs wird die NaOH-Lösung des Versuchsansatzes und der Blindprobe mit HCl auf einen definierten pH-Wert (hier pH 7) titriert.



### Berechnung

In die Formel zur Berechnung der CO<sub>2</sub>-Abgabe geht das Trockengewicht des Bodens ein, das sich unter Berücksichtigung des aktuellen Wassergehaltes des eingesetzten Bodens berechnen lässt. Um aus dem HCl-Verbrauch (mmol HCl bei der Titration) auf die CO<sub>2</sub>-Abgabe in mg umzurechnen, sind die Molare Masse von CO<sub>2</sub> (44 g mol<sup>-1</sup>) sowie die im Weckglas ablaufenden Reaktionen zu berücksichtigen:

$$mg \text{ CO}_2 \text{ kg}^{-1} \text{ h}^{-1} = \frac{[mmol \text{ HCl (Blindwert)} - mmol \text{ HCl (Probe)}] * 44 \text{ mg mmol}^{-1}}{2 * 24 \text{ h} * \text{Einwaage (kg Trockensubstanz)}}$$

## 6 Korngrößenbestimmung

### 6.1 Fingerprobe

#### Grundlagen

Mit der Fingerprobe kann die Bodenart geschätzt werden. Als Kriterien dienen die Plastizität, Schmierfähigkeit, Rauigkeit und Ausrollbarkeit.

#### Durchführung

Die Bodenprobe wird gut angefeuchtet, ohne dass Wasserglanz erkennbar ist. Die Probe wird zwischen den Handflächen ausgerollt und so im ersten Schritt die Bindigkeit und Formbarkeit eingeschätzt. Im zweiten Schritt wird das Bodenmaterial zwischen den Fingerspitzen zerrieben und dabei die Körnigkeit, der Anteil der Feinsubstanz und die Rauigkeit beurteilt.

Bei der Bestimmung der Bodenart muss beachtet werden, dass ein höherer Humusgehalt die Bindigkeit erhöht und somit einen höheren Tongehalt vortäuscht. Entgegengesetzt täuscht ein hoher Kalkgehalt aufgrund erhöhter Aggregatbildung einen höheren Anteil größerer Bestandteile vor.

Bestimmungsschlüssel nach KA5 (Ad-hoc-AG Boden, 2005)

### Definition der Formbarkeits- und Bindigkeitsstufen

Kennzeichnung der Stufen	Bezeichnung/Kennzeichnung	
	<b>Bindigkeit (Klebrigkeit)</b>	
	<b>Zusammenhalt der Bodenprobe:</b>	<b>zerbröseln/zerbricht:</b>
<b>0</b>	kein	sofort
<b>1</b>	sehr gering	sehr leicht
<b>2</b>	gering	leicht
<b>3</b>	mittel	nicht
<b>4</b>	stark	nicht
<b>5</b>	sehr stark	nicht
	<b>Formbarkeit = Ausrollbarkeit</b> (hier: Bewertung der Ausrollbarkeit einer Probe bis auf halbe Bleistiftstärke)	
<b>0</b>	= Probe nicht ausrollbar, zerbröckelt beim Versuch	
<b>1</b>	= nicht auf halbe Bleistiftstärke ausrollbar, da die Probe vorher reißt und bricht	
<b>2</b>	= Ausrollen auf halbe Bleistiftstärke schwierig, da die Probe starke Neigung zum Reißen und Brechen aufweist	
<b>3</b>	= ohne größere Schwierigkeiten auf halbe Bleistiftstärke ausrollbar, da die Probe nur noch schwach reißt oder bricht	
<b>4</b>	= leicht auf halbe Bleistiftstärke ausrollbar, da die Probe nicht mehr reißt oder bricht	
<b>5</b>	= auf dünner als halbe Bleistiftstärke ausrollbar	

### Schlüssel zur Bestimmung der Bodenarten des Feinbodens im Gelände mittels Fingerprobe

Bindigkeit	Formbarkeit	Erkennbarkeit der Sandkomponente	weitere Kennzeichen	Bodenarten-		
				untergruppe	gruppe	hauptgruppe
0	0	alleinige Komponente	ohne erkennbare FS	Ss	ss	s
0	0	wie oben	grobkörnig	gS	ss	s
0	0	wie oben	mittelkörnig	mS	ss	s
0	0	wie oben	feinkörnig	fS	ss	s
0	0	wie oben	sehr feinkörnig (mehlig)	ffS	ss	s
0	0	SK gut sicht- und fühlbar	sehr wenig FS in Fingerrillen	Su2	ls	s
0	0	wie oben	deutlich FS führend (Fingerrillen erfüllt), schwach mehlig	Su3	us	s
0	0	wie oben	viel FS, stark mehlig	Su4	us	s
0	1	SK sicht- und fühlbar	FS deutlich in Fingerrillen, samtig-mehlig	Us	su	u
0	1	SK kaum oder nicht sicht- und fühlbar	nur FS führend, samtig-mehlig	Uu	su	u
1	2	SK sicht- und fühlbar	sehr wenig FS	S12	ls	s
1	2	wie oben	FS deutlich in Fingerrillen	U1s	lu	u
1	2	SK kaum oder nicht sicht- und fühlbar	nur FS führend, FS deutlich in Fingerrillen, sehr stark mehlig, rauhe RF	U12	lu	u
2	2	SK nicht sicht- und fühlbar	nur FS führend, FS deutlich in Fingerrillen, deutlich mehlig	U13	lu	u
2	2	SK sicht- und fühlbar	sehr wenig FS	St2	ls	s
2	3	SK deutlich sicht- und fühlbar	wenig bis mäßig FS	St3	ls	s
2	3	wie oben	viel FS, deutlich mehlig	Slu	sl	l
3	3	wie oben	viel FS, sehr schwach mehlig	Ls2	ll	l
3	3	wie oben	viel FS, glänzende RF, sehr deutlich körnig	Ls3	ll	l
3	3	wie oben	mäßig FS, schwach glänzende RF, sehr deutlich körnig	Ls4	ll	l
3	3	wie oben	mäßig FS, sehr klebrig („Honigsand“)	St3	sl	l
3	3	SK nicht sicht- und fühlbar	nur FS führend, schwach glänzende RF, schwach mehlig	U14	tu	u
3	4	SK gut sicht- und fühlbar	mäßig bis viel FS, schwach glänzende RF	Sl4	sl	l
4	4	wie oben	deutlich körnig, rauhe, glänzende RF	Ts4	tl	l
4	4	wie oben	sehr viel FS, schwach rauhe, schwach glänzende RF	Lt2	ll	l
4	4	SK nicht oder kaum sicht- und fühlbar	sehr viel FS, rauhe, glänzende RF, körnig	Lu	tu	u
4	4	SK nicht sicht- und fühlbar	nur FS führend, rauhe, schwach glänzende RF, knirscht zwischen den Zähnen	Tu4	ut	t
5	5	SK deutlich sicht- und fühlbar	schwach rauhe, glänzende RF, klebrig, deutlich körnig	Ts3	tl	l
5	5	wie oben	sehr stark glänzende RF, körnig	Lts	tl	l
5	5	wie oben	sehr viel FS, RF schwach rau, stark glänzend	Lt3	ut	t
5	5	wenig SK sicht- und fühlbar	stark glänzende RF, Knirschen zwischen den Zähnen	Ts2	lt	t
5	5	sehr wenige SK sicht- und fühlbar	sehr viel FS, glänzende RF	Tl	lt	t
5	5	SK nicht sicht- und fühlbar	sehr reich an FS, schwach rauhe, glänzende RF	Tu3	ut	t
5	5	wie oben	wie oben, stark plastisch	Tu2	lt	t
5	5	wie oben	RF glatt u. schwach glänzend, mm-dünn ausrollbar	Tt	lt	t

Abk.: SK = Sandkörner, FS = Feinsubstanz (Ton und Schluff), RF = Reibfläche

## 6.2 Quantitative Korngrößenbestimmung mittels Sieb- und Schlämmanalyse

### Grundlagen

Zur quantitativen Korngrößenanalyse ist eine Vorbehandlung der Proben erforderlich, da organische Substanzen, Carbonate und Sesquioxide, die als Kittsubstanzen wirken und eine Aggregation der Primärpartikel bedingen, entfernt werden müssen. Die Vorbehandlung umfasst deshalb eine H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Behandlung (Oxidation der organischen Substanzen) und eine Säurebehandlung (Zerstörung der Carbonate) sowie eine Entfernung der Sesquioxide durch eine Dithionitbehandlung. Um eine vollständige Dispergierung der Tonteilchen zu erreichen, werden durch Nachwaschen der vorbehandelten Bodenprobe mit destilliertem Wasser überschüssige Elektrolyte entfernt und durch eine Schüttlung mit Natriumpolyphosphat die Tonteilchen mit lyophilen Kationen beladen. Bei Bodenproben mit geringen Gehalten an Kittsubstanzen ist eine alleinige Behandlung mit Natriumpolyphosphat ausreichend.

Ausschlaggebend für das Verhalten der Bodenteilchen bei der Siebung und der anschließenden Schlämmanalyse sind Größe und Form der Partikel sowie ihr spezifisches Gewicht. Theoretisch wird allen Teilchen eine Kugelform unterstellt und mit einem entsprechenden Äquivalentdurchmesser gerechnet. Partikel > 0,023 mm werden durch Siebe verschiedener Maschenweiten fraktioniert, Partikel < 0,023 mm werden durch Schlämmen getrennt. Die Trennung durch Schlämmen basiert auf der Tatsache, dass die Fallbewegung sehr kleiner Teilchen in einer Flüssigkeit gleichförmig ist und die Sinkgeschwindigkeit bestimmt wird durch die Größe und das spezifische Gewicht der Teilchen sowie die Dichte und Viskosität der Flüssigkeit. Dieser Zusammenhang wird mathematisch von STOKES beschrieben:

$$V = \frac{2}{9} g \frac{s - d}{\eta} r^2$$

V = Sinkgeschwindigkeit (cm s<sup>-1</sup>)  
s = spez. Gewicht der Teilchen (g cm<sup>-3</sup>)  
d = Dichte der Flüssigkeit (g cm<sup>-3</sup>) (für Wasser bei 20°C = 1)  
g = Gravitationskonstante (981 cm s<sup>-2</sup>)  
η = Viskosität der Flüssigkeit (g cm<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>) (für Wasser bei 20°C = 0,01)  
r = Radius der Teilchen (cm)

Für Wasser (20°C) als Suspensionsmittel und einem spezifischen Gewicht der mineralischen Bodenpartikel von 2,65 g cm<sup>-3</sup> gilt:

$$V = 36000 \text{ cm}^{-1} \text{ s}^{-1} r^2$$

Wenn also die Sinkgeschwindigkeit (V) für Teilchen unter sonst konstanten Bedingungen mit dem Äquivalentdurchmesser der Teilchen zunimmt, benötigen Teilchen unterschiedlicher Größe für die gleiche Fallstrecke eine jeweils unterschiedliche Zeit (t). Damit kann für Teilchen mit einem bestimmten Äquivalentdurchmesser, z.B. 0,002 mm (r = 0,001 mm) berechnet werden, welche Zeit (t) sie für eine Fallstrecke bestimmter Länge, z.B. 30 cm (l = 30cm = 300 mm) benötigen:

$$t \text{ (s)} = \frac{30 \text{ cm}}{36000 \text{ cm}^{-1} \text{ s}^{-1} (0,0001 \text{ cm})^2}$$

Teilchen mit einem Durchmesser von 0,002 mm benötigen für eine Fallstrecke von 30 cm also 83333 s oder 23 h 09 min.

### Reagenzien

- ✓ 30 %iges H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Wasserstoffperoxid)
- ✓ 32 %ige HCl (Salzsäure)
- ✓ 0,3 M Natriumcitrat-Lösung (pH 7,3 mit 2 %iger Essigsäure einstellen)
- ✓ Natriumdithionit (**Gefahrenhinweise beachten, unter dem Abzug arbeiten!**)
- ✓ 1,25 %ige NaOH (Natronlauge)
- ✓ 4 %ige Natriumpolyphosphat-Lösung
- ✓ NaCl

## Durchführung

### Vorbehandlung

#### *H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Behandlung (nur bei Böden mit organischem Material)*

Ca. 25-30 g lutro Feinboden in engen 1000 ml Bechergläsern mit ca. 100 ml aqua dest. versetzen. In kleinen Portionen (ca. 5 ml) 30 %iges H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zugeben (→ Zerstörung des org. Materials), und zwar so lange, bis auch bei leichtem Erwärmen auf dem Sandbad kein Aufschäumen mehr erfolgt. Durch Aufkochen das überschüssige H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zerstören.

#### *HCl-Behandlung (nur bei kalkhaltigen Böden)*

Das Becherglas halb mit aqua dest. füllen und 25 ml 32 %ige HCl zugeben (→ Zerstörung von Kalk und Sesquioxiden), umrühren und nach 1 Std. abzentrifugieren. Den klaren Überstand verwerfen, aqua dest. zugeben, aufschütteln und erneut abzentrifugieren. Waschvorgang noch einmal wiederholen.

#### *Dithionitbehandlung (nur notwendig bei eisenoxidreichen Böden)*

Den Boden mit 300 ml Natriumcitrat-Lösung versetzen und auf 90°C erhitzen. Dann 2 g Natriumdithionit in 20 ml 1,25 %iger NaOH (kleiner Erlenmeyerkolben) lösen und zur Probe geben. Die Probe kochen bis sie entfärbt ist. (Behandlung ggf. wiederholen). Probe abkühlen und absetzen lassen (ggf. bei 4000 U/min zentrifugieren). Den klaren Überstand verwerfen (Abfall gesondert sammeln). Anschließend aqua dest. zugeben, umrühren und die Probe erneut absetzen lassen (ggf. bei 4000 U/min zentrifugieren). Den Überstand wiederum verwerfen.

### Siebanalyse

Den vorbehandelten Boden bei 105°C trocknen (wenn eine Tonmineralbestimmung erfolgen soll bei max. 40°C), homogenisieren und genau auswiegen (falls keine Vorbehandlung erfolgt 20 g atro Feinboden einwiegen). Den Boden in 500 ml PE-Flaschen geben, diese halb mit aqua dest. füllen und 25 ml 4 %ige Natriumpolyphosphat-Lösung zugeben. 2 h maschinell über Kopf schütteln. Die dispergierten Proben durch einen Siebturm (Maschenweiten: 630 (gS), 200 (mS), 63 (fS), 20 µm (gU)) geben, der auf einer Plastikschüssel steht, und jedes Sieb so lange durchspülen, bis keine sichtbare Trübe mehr durchläuft. Die in den Sieben zurückgehaltenen Korngrößenfraktionen in zuvor gewogene Bechergläser überspülen, trocknen und auswiegen. **Die Flüssigkeit in der Plastikschüssel wird weiterhin für die Schlämmanalyse benötigt!**

### Schlämmanalyse

Zur Trennung der mfU- und T-Fraktion die Flüssigkeit in der Plastikschüssel in einen Atterbergzylinder überspülen bis eine Füllhöhe von 30 cm über dem Auslass erreicht ist. Die restliche Flüssigkeit in Vorratsflaschen lagern. Die Atterbergzylinder nach ca. 23 h in ein Auffanggefäß ablassen, mit der restlichen Flüssigkeit bzw. aqua dest. bis zur 30 cm-Marke auffüllen und aufschütteln. Die aufgefangene Tonfraktion täglich durch Zugabe von Kochsalz ausflocken, den klaren Überstand absaugen und verwerfen. Den Schlämmvorgang solange wiederholen, bis der Überstand nach 23 h klar ist. Die abgesetzte Mittel- und Feinschluff-Fraktion in ein ausgewogenes (!) Becherglas überspülen, trocknen und auswiegen. Die aufgefangene Tonfraktion in Zentrifugenbecher überspülen, Salzlösung abzentrifugieren, noch zweimal nachwaschen und anschließend ebenfalls trocknen und auswiegen. Um den Vorgang zu beschleunigen, kann die T-Fraktion nach dem Ablassen verworfen und als Differenz berechnet werden.

### **Methodische Fehlerquellen**

Der Schlämmanalyse liegt die Annahme zugrunde, dass die Teilchen eine Kugelform und ein einheitliches spez. Gewicht haben. Hohe Gehalte an blättchenförmigen Tonmineralen und starke Unterschiede im spez. Gewicht können zu beträchtlichen Abweichungen zwischen Äquivalentdurchmesser und tatsächlichem Teilchendurchmesser führen.

### **Interpretation**

Die Korngrößenzusammensetzung der Ober- und Unterbodenhorizonte gibt Hinweise auf abgelaufene genetische Prozesse (z.B. Tonverlagerung) und bestimmt ganz wesentlich die ökologischen Eigenschaften der Böden (KAK, nutzbare Wasserkapazität, u.a.).

## 7 Bestimmung der austauschbaren Kationen (aK) und der Kationenaustauschkapazität (KAK)

### Grundlagen

Der Ionenaustausch ist an zahlreichen im Boden ablaufenden Prozessen (Verwitterung, Quellung, Schrumpfung, Verlagerung, Aggregatbildung, Speicherung und Nachlieferung von Pflanzennährstoffen, Pufferung von Schadstoffen, Wasserbindung) und damit an der Ausbildung vieler Boden- und Standorteigenschaften maßgeblich beteiligt. Der Gehalt an einzelnen austauschbaren Kationen (aK) in absoluter oder prozentualer Angabe sowie die Kationenaustauschkapazität (KAK) sind deshalb wichtige Kenngrößen des Bodens.

Die Gehalte des Bodens an austauschbaren Kationen sind – in Abhängigkeit von der Kationenzusammensetzung des Ausgangsmaterials – das Ergebnis vielfältiger bodenbildender Prozesse und spiegeln diese wider. Die Höhe der KAK hängt ab von der Quantität und Qualität der reaktiven Oberfläche der Bodenkolloide und deshalb besonders vom Ton- und Humusgehalt der Böden. Man unterscheidet zwischen permanenter Ladung (= Schichtladung) und variabler Ladung (= pH-abhängige Ladung), deren Summe die KAK ergibt. Die potentielle KAK, die bei neutralem bis schwach alkalischem pH der Austauscherlösung erfasst wird, kann als maximale Austauschkapazität eines gekalkten Ackerbodens angesehen werden. Die effektive KAK wird beim aktuellen pH-Wert des Bodens bestimmt und zeigt insbesondere, bei sauren Böden geringere, aber ökologisch relevante Werte an. Für die Versorgung der Pflanzen mit Nährstoffen und das Puffervermögen gegen Schadstoffe sind sowohl die Gehalte der austauschbaren Kationen als auch der pH-Wert von Bedeutung.

Die Bestimmung erfolgt generell, indem die Probe mit nicht im Boden vorhandenen Kationen (z.B. Strontium) vollständig belegt und die Gehalte der aK bestimmt werden. Zur Bestimmung der KAK wird die mit Sr-Ionen belegte Probe zunächst mit aqua dest. gewaschen, um nicht an Bodenkolloiden gebundene Sr-Ionen zu entfernen. Anschließend werden die gebundenen Sr-Ionen gegen Mg-Ionen zurückgetauscht und der Gehalt an Strontium in der Lösung gemessen um die KAK zu ermitteln.

### 7.1 Austauschbare Kationen

#### Reagenzien

- ✓ 0,1 M SrCl<sub>2</sub>-Triethanolamin-Lösung  
(Für 1l-Lösung: 26,66 g SrCl<sub>2</sub> \* 6 H<sub>2</sub>O (Strontiumchlorid-Hexahydrat) und 22,5 ml Triethanolaminlsg., pH 8,2 mit 1 M HCl einstellen)

#### Durchführung

Pro Probe wird je ein 100 ml Messkolben mit Trichter und Faltenfilter versehen. In das Filterpapier werden je 5 g lutro Feinboden eingewogen. In 10 ml Portionen wird so viel SrCl<sub>2</sub>-Triethanolamin-Lösung über die Probe laufengelassen, bis der Messkolben gefüllt ist. Dabei ist darauf zu achten, dass der Boden gleichmäßig benetzt wird. In der Lösung werden die ausgetauschten Na-, K-, Ca- und Mg-Ionen am Atom-Absorptions-Spektrometer (AAS) bestimmt. Dazu werden die unten aufgeführten Kalibrierstandards in der Extraktionslösung angesetzt. **Die Filtrerrückstände werden anschließend noch für die Bestimmung der KAK benötigt!**

Kalibrierstandards für das AAS (in SrCl <sub>2</sub> -Triethanolamin-Lösung)					
K <sup>+</sup>	0	1	2	4	mg l <sup>-1</sup>
Na <sup>+</sup>	0	0,5	1	2	mg l <sup>-1</sup>
Ca <sup>2+</sup>	0	1	2	4	mg l <sup>-1</sup>
Mg <sup>2+</sup>	0	5	10	15	mg l <sup>-1</sup>

#### Berechnung

Aus der Ionenkonzentration, dem Volumen der Filtrate, der Bodeneinwaage, der Molaren Masse und der Wertigkeit der Ionen sind die Gehalte an austauschbaren Kationen in cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> zu berechnen.

## 7.2 Kationenaustauschkapazität

### Reagenzien

✓ 0,1 M MgCl<sub>2</sub>-Lösung

(Für 1l Lösung: 20,33 g MgCl<sub>2</sub> \* 6 H<sub>2</sub>O (Magnesiumchlorid-Hexahydrat))

### Durchführung

Nach der Extraktion der austauschbaren Kationen den Filtrerrückstand in 10 ml Portionen mit 50 ml aqua dest. waschen. Die Filtrate verwerfen. Die Trichter erneut auf 100 ml Messkolben setzen und in 10 ml Portionen so lange mit MgCl<sub>2</sub>-Lösung versetzen, bis der Messkolben gefüllt ist. In den Filtraten werden die Konzentrationen der ausgetauschten Sr-Ionen am AAS gemessen.

Kalibrierstandards für das AAS (in MgCl <sub>2</sub> -Lösung)					
Sr <sup>2+</sup>	0	2	5	10	mg l <sup>-1</sup>

### Berechnung

Aus der Ionenkonzentration, dem Volumen der Filtrate, der Bodeneinwaage, der Molaren Masse und der Wertigkeit des Ions ist die KAK in cmol<sub>c</sub> kg<sup>-1</sup> zu berechnen.

## 8 Bestimmung der austauschbaren Anionen

### 8.1 Bestimmung von austauschbarem Phosphat (DL-Methode)

#### Reagenzien

✓ 0,02 M Calciumlactat-Lösung (pH 3,6 mit 1 M HCl einstellen)

✓ Ammoniumheptamolybdat-Lösung

(Für 500 ml Lösung: 5 g Ammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat in ca. 350 ml aqua dest. lösen, 70 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (konzentrierte Schwefelsäure) zugeben (**Achtung: unter dem Abzug arbeiten, Säurehandschuhe und Schutzbrille tragen!**), nach dem Erkalten auf 500 ml auffüllen)

✓ 0,5 %ige Ascorbinsäure (täglich frisch ansetzen)

#### Durchführung

5 g lutro Feinboden (bei Torf: 10 g) wird in 500 ml PE-Flaschen eingewogen, mit 250 ml 0,02 M Calciumlactat-Lösung versetzt und 2 Std. maschinell geschüttelt. Danach einen Teil der überstehenden Lösung über Faltenfilter in 250 ml PE-Flaschen filtrieren (nicht nachwaschen, bei trübem Filtrat doppelte Faltenfilter verwenden und den ersten Durchlauf verwerfen) und die Filtration abbrechen, wenn ca. 50 – 100 ml durchgelaufen sind.

Von den Kalibrierstandards bzw. Proben werden je 5 ml in ein Reagenzglas pipettiert, mit 3 ml Ammoniumheptamolybdat-Lösung und 2 ml Ascorbinsäure versetzt. Standards und Proben werden gut durchmischt und für 5 min in kochendes Wasser gestellt. Nach dem Abkühlen wird die Extinktion bei 820 nm am Spektralphotometer gemessen.

Kalibrierstandards (in 0,02 M Calciumlactat-Lösung)								
P	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	mg l <sup>-1</sup>

#### Berechnung

Aus der Phosphorkonzentration im Filtrat, dem Volumen der Filtrate und der Bodeneinwaage wird der Phosphorgehalt im Boden in mg PO<sub>4</sub>-P kg<sup>-1</sup> berechnet.

## 8.2 Bestimmung von austauschbarem Nitrat

### Reagenzien

- ✓ 0,0125 M CaCl<sub>2</sub>-Lösung
- ✓ 20 %ige H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Schwefelsäure)
- ✓ verkupferte Zinkgranalien (**werden bereitgestellt!**)

### Herstellung der verkupferten Zinkgranalien

100 g Zinkgranalien werden mit einer ca. 4 %igen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gewaschen, bis das Zn eine glänzende Oberfläche bekommt. Anschließend mit aqua dest. nachwaschen. Etwas aqua dest. und 20 ml 5 % CuSO<sub>4</sub>-Lösung zugeben. Das Zn bekommt nun einen dunklen Belag. Nochmals mit aqua dest. nachwaschen und die Granalien an der Luft trocknen.

### Durchführung

25 g lutro Feinboden werden in 250 ml PE-Flaschen eingewogen, mit 100 ml 0,0125 M CaCl<sub>2</sub> – Lösung versetzt und 2 Std. maschinell geschüttelt. Anschließend wird über Rundfilter filtriert.

5 ml des Filtrats bzw. der Kalibrierstandards werden in ein Reagenzglas pipettiert, mit 5 ml aqua dest. versetzt, mit 0,5 ml 20 %iger H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> angesäuert, gut durchmischt und bei 210 nm in einer Quarzküvette am Spektralphotometer gemessen. Nach der ersten Messung werden den Proben, nicht aber den Kalibrierstandards, mit einer Pinzette 2 verkupferte Zinkgranalien zugesetzt und die Proben über Nacht unter dem Abzug abgedeckt stehengelassen. Am nächsten Tag werden die Proben erneut bei 210 nm photometrisch gemessen.

**Hinweis: Quarzküvetten sind teuer! Bitte vorsichtig damit umgehen!**

Kalibrierstandards (in 0,0125 M CaCl <sub>2</sub> -Lösung)								
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0	2,5	5	7,5	10	20	50	mg l <sup>-1</sup>

### Auswertung

Der erste gemessene Wert entspricht dem gesamten extrahierten Nitrat zuzüglich der organischen Substanz, die bei der gleichen Wellenlänge absorbiert wie Nitrat. Durch die Zugabe der verkupferten Zinkgranalien wird das Nitrat zu N<sub>2</sub> reduziert. Somit wird bei der zweiten Messung nur noch die gelöste organische Substanz erfasst. Subtrahiert man den zweiten Messwert vom ersten Messwert, erhält man daher den Gehalt an austauschbarem Nitrat.

### Berechnung

Aus der Nitratkonzentration im Filtrat, dem Volumen der Filtrate und der Bodeneinwaage wird der Nitratgehalt im Boden in mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup> kg<sup>-1</sup> berechnet.

## 8.3 Bestimmung von austauschbarem Sulfat

### Reagenzien

- ✓ 1 %ige NaCl-Lösung
- ✓ Bariumchlorid-Gelatine-Lösung  
(Für 1l Lösung: 2,5 g gemahlene Gelatine in 600 ml aqua dest. bei 40°C lösen, 60 ml 1 M HCl und 20 g BaCl<sub>2</sub> \* 2 H<sub>2</sub>O zugeben und auf 1000 ml auffüllen. Trübung durch Zentrifugieren (10 min bei 10.000 U/min) entfernen. Zur Stabilisierung 1 ml Chloroform zugeben.)

### Durchführung

50 g lutro Feinboden werden in 500 ml PE-Flaschen eingewogen, mit 250 ml 1 %iger NaCl-Lösung versetzt und 1 Std. maschinell geschüttelt. Anschließend werden ca. 3 g Aktivkohle zugesetzt, weitere 2 min geschüttelt und über Faltenfilter filtriert.

Je nach zu erwartendem Sulfatgehalt 0,1 - 7,5 ml Probenlösung bzw. 1 ml Kalibrierstandard in Reagenzgläser pipettieren und mit aqua dest. auf ein Volumen von 7,5 ml auffüllen. 2,5 ml BaCl<sub>2</sub>-Gelatine-Lösung zugeben, schütteln und nach 10 min bei 492 nm im Photometer messen.

Die Messung wird durch organische Kolloide und andere trübende Bestandteile gestört, so dass ein höherer Sulfatgehalt vorgetäuscht werden kann.

Kalibrierstandards (in 1 %iger NaCl – Lösung)							
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0	20	50	100	150	300	mg l <sup>-1</sup>

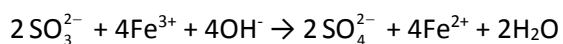
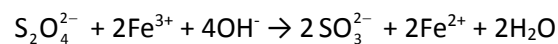
### Berechnung

Aus der Sulfatkonzentration im Filtrat, dem Volumen der Filtrate und der Bodeneinwaage wird der Schwefelgehalt im Boden in mg SO<sub>4</sub>- kg<sup>-1</sup> berechnet.

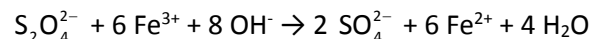
## 9 Bestimmung der Eisenoxide

### Grundlagen

Eisen kommt im Boden außer in silikatischer Bindung überwiegend in amorphen und kristallinen Oxiden und Hydroxiden vor. Die Bestimmung dieser sogenannten „freien“ Eisenverbindungen lässt, wenn sie an Proben aus den verschiedenen Horizonten eines Bodenprofils erfolgt, Schlussfolgerungen über die Bodengenese zu. So können z.B. Anhaltspunkte über das Ausmaß von Verbraunungs-, Lessivierungs-, Podsolierungs- und Vergleyungsprozessen gewonnen werden. Außerdem tragen die Fe-Oxide, vor allem wenn sie in größeren Mengen im Boden vorkommen, nicht unerheblich zur ökologischen Qualität eines Standortes bei (z.B. Phosphat- und Schwermetallbindung). Von einer Methode zur Bestimmung der Fe-Oxide ist zu fordern, dass sie die Silicate, in denen diese Elemente als Gitterbausteine enthalten sein können, nicht angreift. Daher werden meistens Extraktionslösungen verwendet, die bei mäßig saurer bis schwach alkalischer Reaktion Fe entweder durch Komplexbildung (oxalsäure NH<sub>4</sub>-Oxalatlösung, pH 3,25) oder durch Reduktion (Dithionitlösung) oder auch durch Kombination von Reduktion und Komplexbildung (Citrat- plus Dithionitlösung, pH 7,3) in Lösung bringen. Bei der zuletzt genannten Methode erfolgt die Reduktion der Oxide durch Dithionit bei pH 7,3 nach folgendem System:



Nach der Addition beider Gleichungen ergibt sich als Gesamtreaktion:



Da für die Reduktion OH-Ionen benötigt werden, dient ein Zusatz von NaOH zur Einhaltung des optimalen pH-Wertes von 7,3. Na-Citrat besitzt puffernde Wirkung und bedingt eine innerkomplexe Bindung von Fe<sup>2+</sup>, so dass keine Hydroxid-Niederschläge entstehen können. Das extrahierte Eisen wird anschließend am AAS bestimmt.

Bei dieser Methode werden amorphe und kristalline Oxide und Hydroxide gemeinsam erfasst. Der Anteil amorpher und kristalliner Bestandteile am gesamten freien Eisen zeigt jedoch in verschiedenen Böden und Bodenhorizonten charakteristische Unterschiede, die zur typologischen Differenzierung herangezogen werden können. Deshalb werden neben den gesamten freien Fe-Verbindungen auch die amorphen Fe-Oxide und -Hydroxide bestimmt, die als "aktive" Fe-Verbindungen bezeichnet werden. Zur Extraktion verwendet man NH<sub>4</sub>-Oxalatlösung (pH 3,25), die bei Dunkelheit durch Komplexbildung selektiv die amorphen Fe-Verbindungen extrahiert. Bei Lichtzutritt werden dagegen infolge Reduktionswirkung der Oxalsäure auch die kristallinen Fe-Oxide erfasst.



## 9.1 Bestimmung von dithionitlöslichem Eisen

### Reagenzien

- ✓ 0,3 M Natriumcitrat-Lösung (pH 7,3 mit 2 %iger Essigsäure einstellen)
- ✓ Natriumdithionit (**Gefahrenhinweise beachten, unter dem Abzug arbeiten!**)
- ✓ 1,25 %ige NaOH (Natronlauge)

### Durchführung

500 mg lutro Feinboden der Marsch bzw. 5 g lutro Feinboden des Podsols in 50 ml Zentrifugenbecher einwiegen, \*40 ml Natriumcitrat-Lösung zugeben und schütteln. Im Wasserbad (82°C) 12 Min. vorwärmen, dabei alle 3 Min. umrühren. Kurz vor Ende der Erwärmungszeit 1 g Na-Dithionit in 6 ml 1,25 %iger NaOH lösen, in den Zentrifugenbecher geben und rühren. Von jetzt ab beträgt die Erwärmungszeit noch genau 15 Min., wobei öfter gerührt wird. Anschließend wird sofort 10 Min. bei 3000 U/min zentrifugiert und in einen 250 ml Messkolben mit aufsitzendem Filter dekantiert.

Ab \* zweimal mit dem Zentrifugationsrückstand wiederholen.

Die Extrakte werden im 250 ml Kolben gesammelt, der anschließend mit aqua dest. bis zur Marke aufgefüllt wird. Proben vor der Messung am AAS 1:10 mit aqua dest. verdünnen.

Kalibrierstandards (in 1:10 verdünnter Natriumcitrat-Dithionit-Natronlauge-Lösung)					
Fe	0	1	5	10	mg l <sup>-1</sup>

### Berechnung

Aus der Eisenkonzentration im Filtrat, dem Volumen der Filtrate und der Bodeneinwaage wird der Eisengehalt im Boden in mg Fe<sub>d</sub> kg<sup>-1</sup> berechnet.

## 9.2 Bestimmung von oxalatlöslichem Eisen

### Reagenzien

- ✓ Oxalatlösung  
(Für 1l Lösung: 17,56 g Oxalsäure (COOH<sub>2</sub> \* 2 H<sub>2</sub>O) + 28,4 g Ammoniumoxalat ((COONH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> \* H<sub>2</sub>O), pH 3,25 mit 25 %iger Ammoniak-Lsg. einstellen (**unter dem Abzug!**), beim Lösen leicht erwärmen!)

### Durchführung

5 g lutro Feinboden der Marsch bzw. 10 g lutro Feinboden des Podsols in 250 ml PE-Flaschen einwiegen, mit 100 ml Oxalatlösung versetzen, 1 h im Dunkeln maschinell schütteln und über Rundfilter filtrieren. Proben vor der Messung am AAS 1:10 mit aqua dest. verdünnen.

Die Stamm- und Gebrauchslösung ohne Oxalatlösung ansetzen; in die Standards (100 ml Meßkolben) jeweils 100 ml Oxalatlösung geben.

Kalibrierstandards (in 1:10 verdünnter Oxalatlösung)					
Fe	0	1	5	10	mg l <sup>-1</sup>

### Berechnung

Aus der Eisenkonzentration im Filtrat, dem Volumen der Filtrate und der Bodeneinwaage wird der Eisengehalt im Boden in mg Fe<sub>ox</sub> g<sup>-1</sup> berechnet.

## 10 Bestimmung des Carbonatgehalts

### Grundlagen

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

Bei der gasvolumetrischen Bestimmung nach Scheibler werden die vorhandenen Carbonate durch HCl-Zugabe gemäß



zerstört (Me = Metallkation). Das Volumen des freigesetzten  $\text{CO}_2$  wird gemessen und daraus der Carbonatgehalt errechnet.

### 10.1 Halbquantitative Carbonat-Bestimmung

#### Reagenzien

✓ 1:3 verd. HCl (Salzsäure)

#### Durchführung

Ca. 2 g Boden werden auf einem Uhrgläschen mit aqua dest. angefeuchtet (nur wenn der Boden trocken ist) und mit HCl versetzt. Der Carbonatgehalt kann anhand der Stärke der Reaktion abgeschätzt werden.

Stärke der Reaktion	Carbonatgehalt in %
Sehr schwache Reaktion, nur hörbar	< 0,5
Schwache Reaktion, kaum sichtbar	0,5 – 2
Deutliche Reaktion, nicht anhaltend	2 – 5
Starke Reaktion, nicht lang anhaltend	5 – 10
Sehr starke Reaktion, länger anhaltend	> 10

### 10.2 Quantitative Carbonat-Bestimmung nach Scheibler

#### Reagenzien

✓ 1:3 verd. HCl (Salzsäure)

✓  $\text{CaCO}_3$  (Calciumcarbonat, chemisch rein)

#### Durchführung

Lutro Feinboden bzw. 250 mg chemisch reines  $\text{CaCO}_3$  in ein Reaktionsgefäß (Schliffflasche) einwiegen (zur Abschätzung der Einwaage sollte zunächst eine halbquantitative Bestimmung erfolgen, siehe Tabelle unten). Dann ein Einsatzgefäß mit ca. 10 ml 1:3 verdünnter HCl vorsichtig in das Reaktionsgefäß stellen, ohne Bodenmaterial mit HCl zu benetzen. Nach Aufsetzen des Stopfens und Öffnen des Entlüftungshahnes an der Scheibler-Apparatur den Flüssigkeitsstand in den kommunizierenden Röhren auf null stellen (siehe Anleitung an der Apparatur). Nach dem Schließen des Entlüftungshahnes die Flüssigkeit in den kommunizierenden Röhren ggf. auf eine Vorlage (siehe Tabelle unten) ablassen. Dann die Salzsäure aus dem Einsatzgefäß durch Neigen des Reaktionsgefäßes in Kontakt mit der Bodenprobe bringen. In dem Maße, wie das Niveau der Flüssigkeit im rechten Rohrende durch das freigesetzte  $\text{CO}_2$  absinkt, steigt es im linken Rohr. Ist die Gasentwicklung beendet, stellt man einen Niveaueausgleich her und liest das  $\text{CO}_2$ -Volumen in ml ab.

Als Standard wird chemisch reines  $\text{CaCO}_3$  verwendet. Dazu werden 250 mg  $\text{CaCO}_3$  in das Reaktionsgefäß eingewogen (Vorlage ca. 15 ml) und das  $\text{CO}_2$ -Volumen ermittelt. Es sollten für die Kalibrierung mindestens 3 Parallelmessungen des Standards erfolgen. Da das Volumen der Gasentwicklung

temperatur- und druckabhängig ist, ist eine erneute Kalibrierung der Apparatur notwendig, sobald es zu einer Änderung dieser Umweltbedingungen gekommen ist.

Empfohlene Einwaagen und Vorlagen nach halbquantitativen Gehalten		
Halbquantitativer Gehalt [%]	Einwaage [g]	Vorlage [ml]
< 2	10	0 - 5
2 - 5	5	5 - 15
5 - 10	2	10 - 15
> 10	1	10 - 15

### Methodische Fehlerquellen

Sind relativ große Carbonatteilchen in der Probe, sollte sie vorher in der Kugelmühle vorbehandelt werden. Sulfide stören die Bestimmung, da durch HCl freigesetztes H<sub>2</sub>S einen zu hohen CO<sub>2</sub>-Gehalt vortäuscht.

### Auswertung und Interpretation

Aus den gemessenen Standards, die unter konstanten Umweltbedingungen (Temperatur, Luftdruck) gemessen wurden, können die CaCO<sub>3</sub>-Gehalte der Proben in mg CaCO<sub>3</sub> g<sup>-1</sup> und der Gehalt an mineralisch gebundenem Kohlenstoff in mg CaCO<sub>3</sub>-C g<sup>-1</sup> errechnet werden.

Klassifizierung der Böden anhand des Carbonatgehalts	
Carbonatgehalt [mg g <sup>-1</sup> ]	Bezeichnung
< 5	sehr carbonatarm
5 - 20	carbonatarm
20 - 100	carbonathaltig
100 - 250	carbonatreich
250 - 500	sehr carbonatreich
> 500	extrem carbonatreich

## 11 Bestimmung des Glühverlustes sowie des Kohlenstoff- und Stickstoffgehalts

### 11.1 Bestimmung des Glühverlustes bei 430°C

#### Durchführung

Etwa 5 g (bei Torfen 1 - 2 g) atro Feinboden (**Einwaage**) werden in einen bis zur Gewichtskonstanz getrockneten und ausgewogenen Porzellantiegel (**Tara**) eingewogen. Bei hohen Gehalten organischer Substanz die Tiegel mit einem Deckel verschließen. Anschließend wird die Probe bei 430° C im Muffelofen bis zur Gewichtskonstanz (ca. 3 Std.) geglüht und nach dem Abkühlen im Exsikkator nochmals gewogen (**Rückwaage**).

#### Berechnung

$$\text{Aschegewicht (g)} = \text{Rückwaage (g)} - \text{Tara (g)}$$

$$\text{Glühverlust (g)} = \text{Einwaage (g)} - \text{Aschegewicht (g)}$$

$$\text{Glühverlust (\%)} = \frac{\text{Glühverlust (g)}}{\text{Einwaage (g)}} * 100$$

## 11.2 Bestimmung des Kohlenstoff- und Stickstoffgehalts

### Grundlagen

Im C/N-Analyser werden die Bodenproben bei 1020°C in einer mit Wolfram und Kupfer gefüllten Säule verbrannt. Dabei werden ihre Kohlenstoffverbindungen zu CO<sub>2</sub> oxidiert und ihre Stickstoffverbindungen über NO<sub>x</sub> zu N<sub>2</sub> reduziert. In einem integrierten Gaschromatographen wird das Gasgemisch getrennt und mit Hilfe eines Wärmeleitfähigkeitsdetektors gemessen.

### Durchführung

Der Feinboden wird in einer Kugelmühle oder mit einem Mörser gemahlen und bei 105°C getrocknet. Je nach Humusgehalt werden 2 - 3 mg Boden (bei Torfen 1 mg) an der Analysenwaage in spezielle Zinnhütchen eingewogen, mit besonderem Besteck verschlossen und in einen Probenteller eingesetzt. Die Analyse erfolgt instrumentell am C/N-Analyser.

### Methodische Fehlerquellen

Fehler treten hauptsächlich durch schlecht homogenisierte und unvollständig getrocknete Proben auf.

### Auswertung und Interpretation

Die Rohdaten des C/N-Analyzers geben die Gesamt-Kohlenstoffgehalte (**C<sub>t</sub>**) und Gesamt-Stickstoffgehalte (**N<sub>t</sub>**) der Proben in Masse-% an. Bei carbonathaltigen Proben muss der C-Gehalt des CaCO<sub>3</sub> (**C<sub>CaCO3</sub>**, siehe Kapitel 10.2) von C<sub>t</sub> subtrahiert werden, um den Gehalt an organischem Kohlenstoff (**C<sub>org</sub>**) zu ermitteln:

$$C_{org} (mg\ g^{-1}) = C_t (mg\ g^{-1}) - C_{CaCO_3} (mg\ g^{-1})$$

Die Umrechnung vom C<sub>org</sub>-Gehalt in organische Substanz erfolgt unter Annahme eines mittleren C-Gehaltes der organischen Substanz von 50 % (Faktor = 2,0).

Klassifizierung des Gehalts an organischer Substanz	
Organische Substanz [%]	Bezeichnung
< 1	humusarm
1 - 2	schwach humos
2 - 4	mittel humos
4 - 8	stark humos
8 - 15	sehr stark humos
15 - 30	humusreich
30 - 60	moorerdig
60 - 100	torfig

Die N<sub>t</sub>-Gehalte können absolut oder relativ zum C<sub>org</sub>-Gehalt beurteilt werden. Die absoluten Gehalte an N<sub>t</sub> sind ökologisch und pedogenetisch wenig aussagekräftig. Proben mit 0,5 ‰ N<sub>t</sub> gelten als N-arm, mit 2 ‰ als N-reich. Ihren Wert als Maß für die Humusform im Oberboden erlangen die N<sub>t</sub>-Werte erst durch Bezug auf die Gehalte an C<sub>org</sub>. Das geschieht durch Bildung des C<sub>org</sub>/N-Verhältnisses mit folgender Bewertung:

Klassifizierung des C/N-Verhältnisses		
C/N-Verhältnis	Bezeichnung	Humusform
< 10	eng	Mull
10 - 20	mittel	Moder
20 - 40	weit	Rohhumus
> 40	sehr weit	Torf

## 12 Bestimmung des pH-Wertes und der Pufferkapazität des Bodens

### 12.1 Bestimmung des pH-Wertes

#### Reagenzien

- ✓ aqua dest.
- ✓ 0,01 M CaCl<sub>2</sub>-Lösung

#### Durchführung

Je 10 g lutro Feinboden (bei Torfen: 5 g) werden in ein kleines Gefäß gegeben und mit 25 ml aqua dest. bzw. 0,01 M CaCl<sub>2</sub>-Lösung versetzt und während einer Gleichgewichtseinstellung (mind. 1 h) mehrmals umgerührt. Das für die pH-Messung zu verwendende Spannungsmessgerät (pH-Meter) wird vor der Messung mit Standard-Pufferlösungen von pH 4,0 und pH 7,0 kalibriert.

**Die mit H<sub>2</sub>O versetzten Oberboden-Proben werden anschließend noch für die Bestimmung der Säure- bzw. Basenneutralisationskapazität benötigt!**

#### Methodische Fehlerquellen

Der pH (H<sub>2</sub>O) des Bodens ist vom Gehalt an leicht löslichen Salzen abhängig. Außerdem können bei der pH-Bestimmung in wässrigen Suspensionen größere Diffusionspotentiale als in CaCl<sub>2</sub>- oder KCl-Lösung auftreten.

#### Auswertung und Interpretation

Die pH-Werte sind sowohl im Zusammenhang mit pedogenetischen Aspekten (z.B. Verwitterung, Mineralneubildung, Humifizierung, Gefügebildung, Tonverlagerung) unter ökologischen Gesichtspunkten (z.B. Al-Toxizität), als auch im Hinblick auf die Pflanzenernährung (z.B. austauschbare Kationen, Nährstoffverfügbarkeit) zu diskutieren.

### 12.2 Säureneutralisationskapazität, Basenneutralisationskapazität, Kalkbedarf

#### Grundlagen

Die Kapazität eines Bodens, Säuren zu neutralisieren, wird als Säureneutralisationskapazität (SNK) bezeichnet, diejenige, Basen zu neutralisieren entsprechend als Basenneutralisationskapazität (BNK). SNK und BNK hängen von der Menge der Puffersubstanzen im Boden ab und sind ein quantitativer Ausdruck für seine Pufferkapazität gegenüber Säuren und Basen.

#### Reagenzien

- ✓ 0,1 M HCl bzw. 0,01 M HCl (Salzsäure) (falls pH des Bodens >7)
  - ✓ 0,1 M NaOH bzw. 0,01 M NaOH (Natronlauge) (falls pH des Bodens <7)
- Für den Podsol die 0,1 M Lösung und für den Marschboden die 0,01 M Lösung benutzen.

#### Durchführung

Nach der Bestimmung des pH-Wertes in aqua dest. wird dem Boden solange entweder HCl oder NaOH in 0,1 - 1,0 ml-Portionen zugegeben; jeweils ½ Stunde unter gelegentlichem Rühren stehen gelassen und pH gemessen, bis der pH von 7 erreicht ist.

#### Methodische Fehlerquellen

Es werden nur die Anteile der SNK und BNK erfasst, die innerhalb des Zeitraums des Experiments reagieren (schnell reagierende SNK- und BNK-Anteile).

#### Berechnung

Aus dem NaOH-Verbrauch, der NaOH-Konzentration und der Einwaage wird die BNK in mmol OH<sup>-</sup> kg<sup>-1</sup>, bzw. analog die SNK in mmol H<sup>+</sup> kg<sup>-1</sup> berechnet.

Unter Berücksichtigung der ermittelten Bodendichte des Horizonts, der Molaren Masse von  $\text{CaCO}_3$  und der Reaktionsgleichung, ist der Kalkbedarf bezogen auf eine Tiefe von 30 cm in  $\text{t CaCO}_3 \text{ ha}^{-1}$  zu berechnen.

## 13 Allgemeine Grundlagen

### 13.1 Herstellen von Kalibrierstandards und Kalibrieren von Messgeräten

#### Grundlagen

Messgeräte (z.B. Photometer oder Atomabsorptionsspektrometer (AAS)) können nicht direkt die Konzentration eines Stoffes in einer zu messenden, unbekanntem Lösung ausgeben; die Messgeräte müssen zunächst kalibriert werden. Dazu müssen Lösungen mit bekannten Konzentrationen dieses Stoffes, sogenannte Kalibrierstandards, erstellt und an diesem Gerät gemessen werden. Danach kann man Proben mit unbekanntem Konzentrationen messen und die ermittelten Messwerte der Kalibrierung zuordnen. Wichtig ist, dass die Standards in den gleichen Lösungen bzw. Stoffgemischen angesetzt werden, die zur Extraktion der Proben verwendet wurden (**Grundmatrix**).

**Wichtig: Jede Messung ist nur so gut, wie die dazugehörigen Kalibrierstandards!**

#### Durchführung

Für die meisten Elemente werden Stammlösungen mit Konzentrationen von  $1000 \text{ mg l}^{-1}$  bereitgestellt. Um aus der Stammlösung Kalibrierstandards mit den Konzentrationen  $0 - 1 - 2 - 4 \text{ mg l}^{-1}$  herzustellen, muss die Stammlösung  $1:1000 - 1:500 - 1:250$  verdünnt werden. Dazu werden  $0,1 - 0,2 - 0,4 \text{ ml}$  in  $100 \text{ ml}$  Messkolben pipettiert und die Messkolben mit der Grundmatrix auf  $100 \text{ ml}$  aufgefüllt.

**Zum Ansetzen von Kalibrierstandards werden grundsätzlich geeichte Messkolben verwendet!**

#### Herstellung einer Stammlösung am Beispiel Natrium

Grundsätzlich können Stammlösungen auch aus einem leichtlöslichen Salz erstellt werden. Für die Herstellung einer Stammlösung mit einer Konzentration von  $100 \text{ mg Na l}^{-1}$  kann z.B. Natriumchlorid ( $\text{NaCl}$ ) verwendet werden. Dazu muss zunächst berechnet werden, wieviel  $\text{NaCl}$  einzuwiegen ist, um eine Konzentration von  $100 \text{ mg Na l}^{-1}$  zu erreichen:

**Eingangsparameter:**

Molare Masse $\text{NaCl}$ :	$58,44 \text{ g mol}^{-1}$
Molare Masse $\text{Na}$ :	$22,99 \text{ g mol}^{-1}$

#### Rechnung:

$$\begin{aligned} 100 \text{ mg Na l}^{-1} &\stackrel{\text{def}}{=} 4,35 \text{ mmol Na l}^{-1} \\ 4,35 \text{ mmol Na l}^{-1} &\stackrel{\text{def}}{=} 4,35 \text{ mmol NaCl l}^{-1} \\ 4,35 \text{ mmol NaCl l}^{-1} &\stackrel{\text{def}}{=} 254,2 \text{ mg NaCl l}^{-1} \end{aligned}$$

Es müssen folglich  $254,2 \text{ mg NaCl l}^{-1}$  eingewogen werden um eine Konzentration von  $100 \text{ mg Na l}^{-1}$  zu erhalten. Die Kalibrierstandards werden dann analog zu dem oben geschilderten Verfahren aus der Stammlösung erstellt.

### 13.2 Auswertung und Statistik

#### 13.2.1 Mittelwert, Standardabweichung, Variationskoeffizient

Um die Qualität und den Aussagewert der Messergebnisse zu überprüfen bedarf es statistischer Methoden. Im Folgenden sind einige grundlegende Formeln aufgeführt:

**Mittelwert (mean):**

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

**Standardabweichung (standard deviation):**

$$sd(x) = \sqrt{\text{var}(x)}$$

$$sd(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}}$$

**Variationskoeffizient** (Coefficient of Variation):

$$VC (\%) = \frac{sd(x)}{\bar{x}} * 100$$

### 13.2.2 Regression

Lineare Regressionsgleichung der Form:  $y = m x + b$

Die Steigung  $m$  (linearer Regressionskoeffizient) der am besten angepassten Regressionsgleichung ist gegeben durch die Formel:

$$m = \frac{cov(x, y)}{var(x)}$$
$$cov(x, y) = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{(n - 1)}$$
$$var(x) = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n - 1)}$$
$$m = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Ist  $m$  berechnet kann durch Einsetzen der Mittelwerte der  $y$ -Achsenabschnitt  $b$  berechnet werden.

### 13.2.3 Korrelationskoeffizient (Pearson)

Der Korrelationskoeffizient  $r$  ist eine Indexzahl, die angibt, ob ein Variablenpaar in einer gegebenen Datenmenge miteinander verknüpft (korreliert) ist.

$$r = \frac{cov(x, y)}{sd(x) * sd(y)}$$
$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} * \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}$$