



Fraktionierte Analyse

Ein modernes Analyseverfahren für Böden, Erden, Abfälle und Produkte. Die meisten natürlichen Stoffe bestehen aus einem komplexen Gebilde von organischen und anorganischen Verbindungen, die nur unter ganz speziellen Bedingungen "stabil" sind. Im Normalfall befinden sich die Stoffe in einer Umgebung welche Ab- und Umbaureaktionen und Interaktionen mit der Umwelt hervorrufen. Aus einem "stabilen" Stoff entsteht ein "multi-reaktives" Gemenge, das einem neuen Gleichgewicht entgegenstrebt. Kann das Verhalten eines Stoffes vorausberechnet werden?



ICP Analyticator



FIMS
Massenspektrometer



Einleitung

Die fraktionierte Analyse erlaubt die Erfassung der chemischen Elemente von Stoffen in verschiedenen Bindungszuständen (Fraktionen, Pools). Damit kann sofort eine Aussage getroffen werden über:

- aktuelle Risikobewertung
- potentielle Risikobewertung
- Reaktivität
- Gesamtzusammensetzung
- Eignung für best. Prozesse
- Qualitätsbeurteilung

Diese Aussagen können in weit gefächerten Bereichen von der Herstellung von Prozesserden, über die Qualitätskontrolle von Ernteprodukten bis hin zu landwirtschaftlichen und bodenkundlichen Fragestellungen angewendet werden.

Der Zeit voraus

Die fraktionierte Analyse wurde von Prof Husz zu Beginn der 60er Jahre für bodenkundliche Fragestellungen im Osten Österreichs entwickelt. Viele Fachkollegen konnten damals den innovativen Ansätzen nicht folgen, sodass die Analytik über den Umweg mehrerer Stationen von Südamerika bis Deutschland, in den 80er Jahren wieder in Österreich Fuß fassen konnte und im Jahr 2004 als ÖNORM Serie 2122 verabschiedet wurde.

Erst in den letzten Jahren werden die mehr als 40 Jahre alten komplexen Zusammenhänge verstanden und die Verdienste von Prof. Husz gewürdigt.

Das Modell

Das Modell wurde der Bodenkunde entliehen und verdeutlicht anschaulich die Zusammenhänge (siehe Abbildung 1). Das Modell "Boden" kann für jeden anderen Stoff adaptiert werden.

Beschreibung

Die festen Bestandteile eines Bodens werden gebildet von mineralischen und organischen Substanzen. Dazwischen befindet sich ein Hohlräumsystem (Porensystem), das mit Wasser oder Luft gefüllt sein kann.

Die Innenbereiche der Minerale bestehen aus einem Kristallgitter von chemischen Elementen (Al, Si, Ca, Mg, K). Die Elemente im Kristallverband sind sehr reaktionsträge und von der äußeren Mineralschicht geschützt (Fraktion IV, Reaktivität -). Je näher man vom Innenbereich zur Oberfläche kommt, desto mehr sind die Minerale von der Verwitterung angegriffen, die Zwischenschichten weiten sich auf und im Laufe der Zeit können einzelne Bestandteile in Lösung gehen (Fraktion III, Reaktivität +-).

Die Oberfläche der Minerale ist den Umgebungsbedingungen direkt ausgesetzt. Temperatur, Feuchte, Säurebedingungen und chemische/physikalische Reaktionen führen zur laufenden Adsorption und Desorption von Elementen und Molekülen (Fraktion II, Reaktivität +). In manchen Fällen haben die Oberflächen eine spezielle Ausprägung, zum Beispiel eine negative Ladung, die zur Neutralisierung einen Kationenschwamm anlagern. Die Zusammensetzung dieses Kationenschwammes folgt chemischen Gleichgewichtsreaktionen (Adsorptionsisothermen), die mit den Gleichungen von Langmuir und Freundlich beschrieben werden können.

Kommt die Oberfläche mit Wasser in Berührung gehen einige Elemente und Verbindungen direkt in Lösung (Fraktion I, Reaktivität ++).

Somit kann man 4 Fraktionen verschiedener Reaktivität und Verfügbarkeiten unterscheiden:

Die Analytik

1) Wasserlösliche Ionen (Fraktion I)

Der Anteil an wasserlöslichen Stoffen ist ein wichtiger Parameter zur Abschätzung des Risikos für die unmittelbare Kontamination von Grund- und Oberflächenwasser. Die Bestimmung der wasserlöslichen Stoffe erfolgt, wenn möglich, an der frischen Laborprobe in einem Wasserextrakt im Zustand der Fließgrenze ("Sättigungswasserextrakt"). In speziellen Fällen (struktur- und organstoffreiche Substrate) werden zu einem Gewichtsteil Frischprobe drei Teile Wasser zugefügt. Die Extrakte werden über Kopf geschüttelt, zentrifugiert, durch ein Membranfilter filtriert und in PET Flaschen abgefüllt.

Die Bestimmung der Ionen erfolgt nach geeigneten Methoden (z.B. AAS, ICP, IC, FIMS), die Angabe erfolgt in mg je 100g oder in mg je kg Trockenmasse.

Wasserlösliche Kationen: Ba, Ca, Mg, K, Na, Al, Fe, Hg, Mn, NH₄, Pb, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, V, Zn, Se, Sn, Tl.

Wasserlösliche Anionen: Cl, NO₃, PO₄, AsO₄, SO₄, BO₃, SiO₄, F.

Als zusätzliche Parameter erfolgt die Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (mS/cm) und des pH Wertes (pH_{H2O}).

2. Austauschbare Ionen (Fraktion II)

Der Anteil an austauschbaren Ionen bzw. die Fähigkeit eines Stoffes Ionen austauschbar zu binden ist eine direkte Funktion seiner reaktiven Oberfläche.

Im Boden spielt diese Fraktion eine wichtige Rolle für die Pflanzenernährung und für die Stabilität der Aggregate.

Die Bestimmung dieser Fraktion erfolgt in einem Neutralsalzextrakt. Als Extraktionslösung wird eine 0,4 molare LiCl-Lösung verwendet. Damit bleibt der Säurezustand der Probe unbeeinflusst und alle relevanten Elemente können im Extrakt gemessen werden.

Als Basis dient der Brei des Sättigungswasserextraktes. 40g Brei werden mit 50ml Extraktionslösung versetzt, über Kopf geschüttelt und zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird in eine PET Flasche überführt und die Extraktion wiederholt. Die gewonnene Lösung wird mit jener der 1. Extraktion vereint und durch ein Membranfilter filtriert.

War die Herstellung eines Sättigungswasserextraktes nicht möglich (struktur- und organstoffreiche Substrate), werden zu einem Gewichtsteil Frischprobe 5 Teile Extraktionsmittel gegeben.

Die Bestimmung der Ionen hat nach geeigneten Methoden zu erfolgen.

Abb. 1 Bodenmodell



