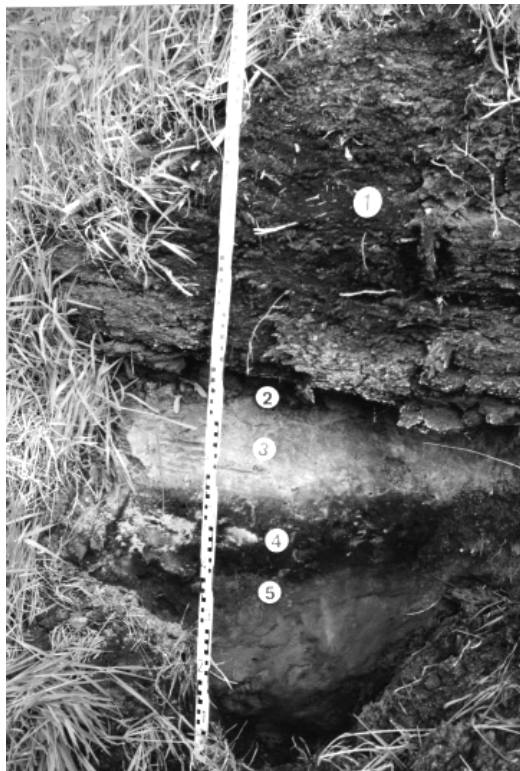


Bodenkundliches



Grundpraktikum

Praktikumsleitung: Prof. Luise Gianì

Techn. Assistenz: Gunda Sangerlaub

Tutor(in):

© AG Bodenkunde

INHALTSVERZEICHNIS

Einleitung	
Arbeiten im Labor	
1 Entnahme der Proben im Gelände	2
2 Aufbereitung der Proben für die Analysen	2
3 Untersuchungen an Volumenproben	3
3.1 Wassergehalt, Poren- und Substanzvolumen, Feldkapazität und Bodendichte	3
3.2 Ermittlung der Wasserleitfähigkeit	4
4 Korngrößenbestimmung	4
4.1 Fingerprobe	4
4.2 Quantitative Korngrößenbestimmung mittels Sieb- und Schlämmanalyse	6
5 Bestimmung der austauschbaren Kationen und der Kationenaustauschkapazität	8
5.1 Austauschbare Kationen (aK)	8
5.2 Kationenaustauschkapazität (KAK)	8
6 Bestimmung der austauschbaren Anionen	9
6.1 Bestimmung des austauschbaren Phosphats (DL – Methode)	9
6.1.1 Phosphatbestimmung	9
6.2 Bestimmung des austauschbaren Nitrat	10
6.2.1 Nitratbestimmung	10
6.3 Bestimmung des austauschbaren Sulfat	11
6.3.1 Turbidimetrische Sulfat-Bestimmung	11
7 Bestimmung der Eisenoxide	11
7.1 Bestimmung des dithionitlöslichen Eisen	12
7.2 Bestimmung des oxalatlöslichen Eisen	12
8 Bestimmung des Carbonatgehalts	13
8.1 Halbquantitative Carbonat-Bestimmung	13
8.2 Quantitative Carbonatbestimmung nach Scheibler	13
9 Bestimmung des Glühverlustes sowie des Kohlenstoff- und Stickstoffgehalts	14
9.1 Bestimmung des Glühverlustes bei 430 ° C	14
9.2 Bestimmung des C/N-Verhältnisses	15
10 Bestimmung der CO₂-Abgabe des Bodens	16
11 Bestimmung der Makro- und Megafauna	
1 2 Bestimmung des pH-Wertes und der Pufferkapazität des Bodens	17
12.1 Bestimmung des pH-Wertes	17
12.2 Säureneutralisationskapazität, Laugenneutralisationskapazität, Kalkbedarf	18
13 Herstellen einer Eichreihe und Eichen von Meßgeräten	18
1 4 Auswertung und Statistik:	20
14.1 Regression	20
14.2 Korrelation (Pearson`scher Korrelationskoeffizient)	20
15 Bestimmungsschlüssel Bodenfauna	

EINLEITUNG

Im Rahmen des Grundpraktikums Bodenkunde sollen grundlegende bodenkundliche Labormethoden erlernt sowie die ermittelten Daten ausgewertet und interpretiert werden. An zwei unterschiedlichen Bodentypen Nordwestdeutschlands sollen charakteristische Bodeneigenschaften untersucht und die Böden im Hinblick auf ihre ökologischen Funktionen bewertet werden.

Aus organisatorischen Gründen (Zeit, Geräte, Platz) wurden einige Untersuchungsmethoden modifiziert und vereinfacht, so dass sich Abweichungen zwischen DIN- und Standardmethoden ergeben. Das vorliegende Praktikumsript ist deshalb nur für den internen Gebrauch an der C.v.O. Universität Oldenburg bestimmt und darf nicht als bodenkundliche Methodensammlung missverstanden werden.

ARBEITEN IM LABOR

Umgang mit Geräten

- Kein unbekanntes Gerät alleine bedienen
- Gebrauchsanweisung beachten
- Reinigungsvorschriften beachten
- Gerät sauber hinterlassen
- Glasgeräte und PE – Flaschen beschriften

Umgang mit Chemikalien

- Informationen über Gefährlichkeit einholen
- Entsprechende Sicherheitsvorschriften treffen (Handschuhe etc.)
- Sauber arbeiten, Verunreinigungen des Arbeitsplatzes sofort beseitigen

Abfallbeseitigungsvorschriften beachten

Abfallbeseitigung

- Schwermetallhaltige Lösungen in Schwermetallabfallbehälter
- Brennbare Lösungen in Abfallbehälter für brennbare Stoffe
- Giftabfälle in Giftabfallbehälter
- Brennbare und giftige Abfälle nur unter dem Abzug einfüllen -
- auf den Behältern die hineingegebenen Lösungen auflisten
- Glasbruch in Glasabfallbehälter

Spülen und Aufräumen

- Chemikalienlösungen in Vorratsflaschen aufbewahren (nicht in Meßkolben)
- Lösungsreste entsorgen
- Arbeitsplatz sauber hinterlassen
- Beschriftung entfernen
- Benutzte Gegenstände spülen, trocknen und in die Schränke räumen

Vor Arbeitsbeginn in einem fremden Labor müssen die Stellen erkundet werden, von denen **ICH** Erste Hilfe erhalten kann: Notdusche, Feuermelder, Feuerlöscher, Decke, Sand, Erste-Hilfe-Kasten.

1 ENTNAHME DER PROBEN IM GELÄNDE

Grundlagen

Die im Labor ermittelten Analysedaten müssen stets wieder auf das Bodenprofil bezogen werden. Grundsätzlich sind die Proben daher so zu nehmen, daß die Laboruntersuchungen die Verhältnisse im Bodenprofil zu rekonstruieren erlauben. Das bedeutet einmal, daß für die Bestimmung gefügeabhängiger Merkmale Proben in natürlicher Lagerung (sog. **Volumenproben**) genommen werden müssen. Für andere Untersuchungen genügt häufig die Entnahme von Mischproben (sog. **Gewichtsproben**).

Entnahme von Volumenproben

Volumenproben werden mit Hilfe starkwandiger, mit geschärfter Unterkante versehener, numerierter Stahlzylinder (sog. Stechzylinder) mit 100 ml Inhalt und 4 cm Höhe entnommen. Man treibt, an der Oberfläche beginnend, die Stechzylinder mit einem Aufsatzisen und einem Gummihammer von oben senkrecht so tief in den Boden ein, daß sich die Zylinderoberkante etwas unter der Bodenoberfläche befindet. Die Stechzylinder werden mit einem Messer vorsichtig freigelegt, der überstehende Boden an beiden Seiten möglichst glatt abgeschnitten, von außen gesäubert und mit Deckeln verschlossen.

Entnahme von Gewichtsproben

Den Horizonten eines Profils werden Gewichtsproben mittels Spaten und Messer entnommen. Hierzu wird jeweils an der Unterkante der Horizonte ein kleiner Spaten parallel zur Oberfläche eingetrieben, eine Bodensäule von etwa 1 kg mit einem Messer aus der Profilwand herausgeschnitten (auf gleichmäßige Verteilung aller Tiefenstufen an der Gesamtprobe achten!) und in Plastikbeutel gefüllt (Plastikbeutel beschriften! Nummer in der Profilbeschreibung notieren!).

2 AUFBEREITUNG DER PROBEN FÜR DIE ANALYSEN

Grundlagen

Die ins Labor transportierten Gewichts- und Volumenproben besitzen denselben Wassergehalt wie die entsprechende Bodenlage zur Zeit der Probennahme. Untersuchungen, die diesen Wassergehalt oder eine von ihm abhängige Größe kennzeichnen sollen, müssen an solchen feldfrischen Proben vorgenommen werden. Die anderen Daten werden wegen der einfacheren Lagerung an Proben vorgenommen, deren Wassergehalt sich auf die Luftfeuchte des Raumes eingestellt hat. Um in diesen Proben nach der Entnahme noch ablaufende Prozesse zu stoppen, andererseits aber durch starke Temperaturerhöhung keine neuen Prozesse auszulösen, müssen die Proben schnell, aber schonend durch Ausbreiten, häufiges Umrühren und Zerdrücken von Aggregaten, getrocknet werden. Organismenreste, Kies und Steine werden aussortiert. In den lufttrockenen Proben muss der Wassergehalt bestimmt werden, damit die Ergebnisse auf absolut trockene Proben (getrocknet bei 105 °C) bezogen werden können.

Aufbereitung der Proben

Die Volumenproben werden sofort nach Entnahme im Labor entsprechend der Vorschrift zur Ermittlung von Substanz- und Porenvolumen (s. Bestimmung von Porenvolumen und Porung) behandelt.

Die Hälfte der Gewichtsproben werden im Kühlschrank aufbewahrt. Die andere Hälfte wird bei 105° C getrocknet, anschließend gemörsert und durch ein 2 mm-Sieb gegeben. Siebrückstand (= Wurzeln, Bodenskelett) und Gesiebtes (= Feinerde) werden getrennt, ersterer verworfen.

3 UNTERSUCHUNGEN AN VOLUMENPROBEN

3.1 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 zum Bodenvolumen. Die Bodendichte ist abhängig von der Dichte der festen Substanz und vom Porenvolumen. Sie stellt zusammen mit dem Bodenvolumen eine wichtige Kenngröße des Bodengefüges dar. Ihre Werte liegen bei Mineralböden häufig zwischen 1,3 und 1,5 g cm⁻³ und bei organischen Böden um 0,15 g cm⁻³. Die Dichte der festen mineralischen Bestandteile (**d_F = Dichte der Festsubstanz**), also ohne Berücksichtigung des Porenvolumens weist dagegen bei Dominanz von Quarz eine häufige Dichte von ca. 2,65 g cm⁻³ auf; besteht sie aus organischer Substanz, ist d_F ca. 1,3 g cm⁻³.

Daneben ist die Wasserkapazität eine wichtige ökologische Größe. Als einfaches Maß dafür lässt sich die "**Feldkapazität**" oder "maximale Wasserkapazität" bestimmen, d.h. der Wassergehalt, den ein Boden gegen die Schwerkraft zuhalten vermag (Haftwasser).

Die Bestimmung der o.g. Größen kann nur an ungestörten Proben vorgenommen werden. Stechzylinder mit einem konstanten Volumen von 100 cm³ sind üblich. Durch Trocknung bei 105°C wird das im Porensystem gebundene Wasser ausgetrieben (fester gebundenes Wasser gehört definitionsgemäß zum Substanzvolumen), aus dem verbleibenden Gewicht der festen Partikel und dem spez. Gewicht können dann sowohl Substanz- als auch Porenvolumen errechnet werden.

Durchführung

Feldfrische mit 100 cm³ Stechzylinder genommene Proben mit Stechzylinder wiegen (**Frischgewicht**). Proben auf einer Seite mit einem Rundfilter, auf der anderen Seite mit 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 ca. 30 Min. abtropfen lassen. Danach die Probe wiegen (**Nassgewicht**). Die Probe bei 105°C trocknen, im Exsikkator auskühlen lassen und erneut wiegen (**Trockengewicht**). Den Stechring reinigen und leer wiegen (**Tara**).

Berechnung

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

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

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

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

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

$$\text{Luftvolumen (Vol.%) = 100 \% - Wassergehalt (\%) - Substanzvolumen (\%)}$$

3.2 Ermittlung der Wasserleitfähigkeit

Grundlagen

Die Wasserleitfähigkeit (k_f -Wert) im wassergesättigten Zustand ist ein wichtiges Maß für die Beurteilung der Staunässe, 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 in einem Permeameter im Perkolationsverfahren: 100 ml Stechzylinderproben werden im wassergesättigten Zustand in einem Permeameter mit einer 4 cm hohen Wassersäule überstaut. Anschließend wird der Ablauf des Permeameters geöffnet und eine Wassermenge von ca. 20-50 ml in einem Becherglas aufgefangen. Die Zeit zwischen Beginn (1. Tropfen) und Ende dieses Vorgangs wird gestoppt, die perkolierte Wassermenge bestimmt und die verbliebene Wassersäule über der Stechzylinderprobe gemessen.

Berechnung und Interpretation

Die Berechnung des Wasserleitfähigkeits-Koeffizienten (k_f -Wert) erfolgt nach der Darcyschen Gleichung

$$k [\text{cm sec}^{-1}] = \frac{V \cdot l}{F \cdot t \cdot h}$$

Hierbei bedeuten V das perkolierte Wasservolumen (cm^3), F die Fläche der durchströmten Bodensäule (25 cm^2), t die Zeit in der das Volumen V perkoliert (sec.), l die Länge der Bodensäule (4 cm) und h der hydraulische Gradient (Abstand zwischen Oberkante Wassersäule und Auslass des Permeameters zu Beginn des Versuchs). **Den k_f -Wert in $[\text{cm d}^{-1}]$ berechnen!**

Die ermittelte Wasserdurchlässigkeit der Böden bzw. Horizonte ist wie folgt zu bewerten:

k_f-Wert			
cm d^{-1}	cm sec^{-1}	Einstufung	Kurzzeichen
< 1	< $1,16 \cdot 10^{-5}$	sehr gering	$k_f 1$
- 10	- $1,16 \cdot 10^{-4}$	gering	$k_f 2$
- 40	- $4,63 \cdot 10^{-4}$	mittel	$k_f 3$
- 100	- $1,16 \cdot 10^{-3}$	hoch	$k_f 4$
> 100	> $1,16 \cdot 10^{-3}$	sehr hoch	$k_f 5$

4 KORNGRÖßENBESTIMMUNG

4.1 Fingerprobe

Grundlagen

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

Durchführung

Die Bodenprobe wird gut angefeuchtet, ohne daß Wasserglanz erkennbar ist. Die Probe wird zwischen den Handflächen ausgerollt bzw. zwischen den Fingerspitzen zerrieben (s. Bestimmungsschlüssel).

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

Bestimmungsschlüssel (nach Bodenkundlicher Kartieranleitung, 4.Aufl.)

Definition der Formbarkeits- und Bindigkeitsstufen

Kennzeichnung der Stufen	Bezeichnung/Kennzeichnung	
Bindigkeit (Klebrigkeit)		
	Zusammenhalt der Bodenprobe:	zerbröseln/zerbricht:
0	kein	sofort
1	sehr gering	sehr leicht
2	gering	leicht
3	mittel	nicht
4	stark	nicht
5	sehr stark	nicht
Formbarkeit = Ausrollbarkeit (hier: Bewertung der Ausrollbarkeit einer Probe bis auf halbe Bleistiftstärke)		
0	= Probe nicht ausrollbar, zerbröckelt beim Versuch	
1	= nicht auf halbe Bleistiftstärke ausrollbar, da die Probe vorher reißt und bricht	
2	= Ausrollen auf halbe Bleistiftstärke schwierig, da die Probe starke Neigung zum Reißen und Brechen aufweist	
3	= ohne größere Schwierigkeiten auf halbe Bleistiftstärke ausrollbar, da die Probe nur noch schwach reißt oder bricht	
4	= leicht auf halbe Bleistiftstärke ausrollbar, da die Probe nicht mehr reißt oder bricht	
5	= 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	S12	ls	s
2	3	SK deutlich sicht- und fühlbar	wenig bis mäßig FS	S13	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 (d.h. Ton + Schluff), RF = Reibfläche

4.2 Quantitative Korngrößenbestimmung mittels Sieb- und Schlämmanalyse

Grundlagen

Zur 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 H₂O₂-Behandlung (Oxidation der organischen Substanzen) und eine Säurebehandlung (Zerstörung der Carbonate und Sesquioxide). Eine vollständige Dispergierung der Tonteilchen wird durch Entfernung überschüssiger Elektrolyte (Auswaschung mit dest. Wasser) und Beladen der Tonminerale mit lyophilen Kationen (Schüttlung mit Na-Polyphosphat) erreicht. Bei Bodenproben mit geringen Gehalten an Kittsubstanzen ist eine alleinige Behandlung mit Na-Polyphosphat ausreichend.

In das Meßergebnis gehen Größe und Form der Partikel als auch ihre Dichte ein, wobei Kugelform unterstellt wird und mit einem Äquivalentdurchmesser gerechnet wird. Partikel > 0,023 mm werden durch Siebe verschiedener Maschenweiten fraktioniert, Partikel < 0,023 mm durch Schlämmen getrennt. Die Trennung durch Schlämmen ist möglich, weil nach „Stokes“ die Fallbewegung sehr kleiner Teilchen in einer Flüssigkeit gleichförmig ist und ihre Geschwindigkeit eine Funktion der Dichte und der Masse, bei gegebener Dichte, also der Größe ist.

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

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

Für Wasser als Suspensionsmittel bei 20°C und einem mittleren spezifischen Gewicht der mineralischen Bodenpartikel von 2,65 gilt:

$$V = 36000 r^2$$

Da die Sinkgeschwindigkeit (V) durch die Fallstrecke pro Zeit (t) definiert ist, kann bei gegebener Fallstrecke und festgelegtem Äquivalentdurchmesser die entsprechende Fallzeit errechnet werden. So benötigen Partikel mit einem Äquivalentdurchmesser von 0,002 mm ($r = 0,0001$ cm) für eine Fallstrecke von 10 cm eine Zeit von

$$t \text{ (s)} = \frac{10}{36000 \cdot 0,0001^2} \quad , \text{ also } 27800 \text{ s oder } 7 \text{ h } 43 \text{ min.}$$

Umgekehrt läßt sich z.B. errechnen, daß Partikel, die nach 3 h 05 min eine geringere Strecke als 4 cm zurückgelegt haben, einen Radius kleiner als:

$$r \text{ (cm)} = \frac{4}{11100 \cdot 36000} \quad , \text{ also etwa } 0,0001 \text{ cm und damit einen}$$

Durchmesser kleiner als 0,002 mm (2 µm) haben.

Reagenzien

- 30 %iges H₂O₂ (Wasserstoffperoxid)
- 32 %ige HCl (Salzsäure)
- 4 %ige Natriumpolyphosphatlösung
- Kochsalz
- 0,3 M Na-Citratlösung: pH 7,3 (mit 2 %iger Essigsäure)
- Na₂ S₂O₄ (Na-Dithionit)
- 1,25 %ige NaOH (Natronlauge)

Durchführung

Vorbehandlung

H₂O₂-Behandlung (nur bei Böden mit organischem Material)

Ca. 25-30 g Feinboden in 600 ml weite Bechergläser mit ca. 100 ml Aqua dest. versetzen. In kleinen Portionen (ca. 5 ml) 30 %iges H₂O₂ zugeben (→ Zerstörung des organ. Materials), und zwar so lange, bis auch bei leichtem Erwärmen auf dem Sandbad kein Aufschäumen mehr erfolgt. Durch Aufkochen das überschüssige H₂O₂ 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 Sesquioxide), 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 Na-Citratlösung versetzen und auf 90°C erhitzen. Dann 2 g Na-Dithionit (**giftig! Handschuhe, unterm Abzug arbeiten!**) in 20 ml 1,25 % NaOH (kleiner Erlenmeyerkolben) lösen und zur Probe geben. Die Probe kochen bis sie entfärbt ist. (Behandlung ggf. wiederholen). Probe abkühlen und absitzen lassen. Den klaren Überstand verwerfen (Giftabfall). Anschließend A. dest zugeben, umrühren und die Probe erneut absitzen lassen. Der Überstand wiederum verwerfen.

Siebanalyse

Den Boden bei 105°C trocknen (wenn eine Tonmineralbestimmung erfolgen soll, bei max. 40°C), homogenisieren und genau auswiegen. In 500 ml PE-Flaschen geben, diese halb mit Aqua dest. füllen und 25 ml 4 %ige Na-Polyphosphatlösung zugeben. 2 h über Kopf schütteln. Die dispergierten Proben durch einen Siebturm (630, 200, 63, 20 µm), der auf einer Plastikschißel steht, durchgießen 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.

Schlämmanalyse

Die Flüssigkeit in der Plastikschißel in Atterbergzylinder überspülen. Bis zu 20 cm auffüllen. Die Atterbergzylinder abends (z.B. 17.00 Uhr) aufschütteln und nach 16 h (z.B. 9.00 Uhr) ablassen. Dann nur bis zur 10 cm-Marke auffüllen, aufschütteln und nach 8 h (17.00 Uhr) ablassen. (Wenn eine Tonmineralbestimmung erfolgen soll, die Tonfraktion in großen Gefäßen auffangen. Sonst verwerfen und den Tongehalt als Differenz zwischen den ausgewogenen Fraktionen und der Einwaage berechnen). Solange wiederholen, bis nach 8 bzw. 16 Std. die überstehende Flüssigkeit klar ist. Die abgesetzte Mittel- und Feinschluff-Fraktion in ein ausgewogenes (!) Becherglas überspülen und trocknen. (Die aufgefangene Tonfraktion täglich durch Zugabe von Kochsalz ausflocken lassen, die klare Flüssigkeit absaugen und verwerfen).

Methodische Fehlerquellen

Bei hohen Gehalten an Eisenoxiden besteht starke Verkittung der Teilchen. Dann ist selektive Auflösung und Extraktion der Eisenoxide erforderlich. Der Schlämmanalyse liegt die Annahme zugrunde, daß die Teilchen Kugelform und einheitliches spez. Gewicht haben. Hohe Gehalte an blättchenförmigen Mineralen und starke Unterschiede im spez. Gewicht können zu beträchtlichen Abweichungen zwischen Äquivalentdurchmesser und tatsächlichem Teilchendurchmesser führen.

Interpretation:

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

5 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 Standort-eigenschaften 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 von gekalktem Ackerboden 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 sowie der pH-Wert von Bedeutung.

Die Bestimmung erfolgt generell in der Weise, daß die Probe mit nicht im Boden vorhandenen Kationen (Strontium) vollständig belegt und die Gehalte der ausgetauschten Kationen (aK) bestimmt wird.

Zur Bestimmung der Kationenaustauschkapazität wird die mit Sr belegte Probe zunächst mit A. dest gewaschen, um die nicht an den Bodenkolloiden gebundenen Sr-Ionen zu entfernen. Anschließend wird das gebundene Sr gegen Mg zurückgetauscht (KAK).

5.1 Austauschbare Kationen (aK)

Reagenzien

- 0,1 M SrCl₂-Triethanolamin-Lösung: 26,66 g SrCl₂ (Strontiumchlorid) • 6H₂O und 22,5 ml Triethanolamin l⁻¹, pH 8,2 (mit verd. HCl)

Durchführung

Pro Probe wird je ein 100 ml Messkolben mit Trichter und Faltenfilter versetzt. In das Filterpapier werden je 5 g trockener Boden eingewogen. In 10 ml Portionen wird soviel SrCl₂-Triethanolamin-Lösung über die Probe laufen gelassen, bis der Messkolben gefüllt ist, wobei darauf zu achten ist, daß der Boden gleichmäßig benetzt wird. In der Lösung werden die ausgetauschten Na-, K-, Ca- und Mg- Ionen am Atom-Absorptions-Spektrometer (AAS) bestimmt. Die Filtrerrückstände werden für die Bestimmung der KAK gebraucht.

Eichreihen (in SrCl₂-Triethanolamin-Lösung)					
K	0	5	10	20	mg l⁻¹
Na	0	5	10	20	mg l⁻¹
Mg	0	5	10	20	mg l⁻¹
Ca	0	1	2	4	mg l⁻¹

Die Ergebnisse sind in cmol_c · kg⁻¹ anzugeben.

5.2 Kationenaustauschkapazität (KAK)

Reagenzien

- 0,1 M MgCl₂ • 6 H₂O (Magnesiumchlorid-Hexahydrat)

Durchführung

Nach der Bestimmung der austauschbaren Kationen den Filtrerrückstand in 10 ml Portionen mit 50 ml aqua dest. auswaschen. Die Filtrate werden verworfen. Die Trichter erneut auf 100 ml Meßkolben setzen und in 10 ml Portionen so lange mit MgCl_2 -Lösung versetzen, bis der Meßkolben gefüllt ist. In den Filtraten werden die ausgetauschten Sr-Ionen am AAS bestimmt.

Eichreihe (in MgCl_2 -Lösung)					
Sr	0	2	5	10	mg l^{-1}

Auswertung und Interpretation

Aus der Ionenkonzentration und dem Volumen (ml) der Filtrate, der Bodeneinwaage (g) und dem Äquivalentmasse lassen sich die Gehalte an austauschbaren Kationen bzw. KAK errechnen:

Die Ergebnisse werden in $\text{cmol}_c \cdot \text{kg}^{-1}$ angegeben.

Äquivalentmasse oder Ionenäquivalent (IÄ): Molmasse · Wertigkeit ⁻¹		
Ca = 20,04	K = 39,10	Sr = 43,81.
Mg = 12,16	Na = 22,99	

6 BESTIMMUNG DER AUSTAUSCHBAREN ANIONEN

6.1 Bestimmung des austauschbaren Phosphats (DL – Methode)

Reagenzien

- 0,02 M Ca-Laktat 0,02 M HCl – Lösung (pH 3,6)

Durchführung

5 g trockener Feinboden (Torf : 10g) wird in 500 ml PE – Flaschen eingewogen und mit 250 ml 0,02 M Ca-Laktat 0,02 M HCl – Lösung (pH 3,6) versetzt und 2 Std. geschüttelt. Danach wird ein Teil der überstehenden Lösung über Faltenfilter in 250 ml PE – Flaschen filtriert (nicht nachwaschen, bei trübem Filtrat doppeltes Faltenfilter verwenden und den ersten Durchlauf verwerfen) und die Filtration abbrechen, wenn ca. 50 – 100 ml durchgelaufen sind.

6.1.1 Phosphatbestimmung

Reagenzien

- Ammoniummolybdat-Lösung
 - 5 g Ammoniumheptamolybdat in ca. 350 ml Aqua dest. lösen
 - vorsichtig 70 ml H_2SO_4 (konz:) zugeben (unter dem Abzug arbeiten, Kittel, Handschuh und Schutzbrille tragen)
 - nach dem Erkalten auf 500 ml auffüllen
- 0,5 %ige Ascorbinsäure (täglich frisch ansetzen)

Durchführung

Von den Eichlösungen werden je 5 ml in ein Reagenzglas pipettiert, mit 3 ml Ammoniummolybdatlösung und 2 ml Ascorbinsäure versetzt. Da der Phosphatgehalt der Proben nicht bekannt ist, werden verschiedene Mengen zwischen 1 und 5 ml abpipettiert, mit Ca-Lactat auf 5 ml aufgefüllt und ebenso wie die Eichproben mit 3 ml Ammoniummolybdatlösung und 2 ml Ascorbinsäure versetzt. Eichproben 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.

Eichreihe (in 0,02 M Ca-Laktat 0,02 M HCl – Lösung)								
P	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	mg l ⁻¹

Das Ergebnis wird in mg PO₄ – P · kg⁻¹ angegeben.

6.2 Bestimmung des austauschbaren Nitrat

Reagenzien

- 0,0125 M CaCl₂ – Lösung (Calciumchlorid)

Durchführung

25 g frischer Feinboden (parallel den aktuellen Wassergehalt bestimmen !!!) werden in 250 ml PE – Flaschen eingewogen und mit 100 ml 0,0125 M CaCl₂ – Lösung versetzt und 2 Std. maschinell geschüttelt. Anschließend über Faltenfilter filtrieren.

6.2.1 Nitratbestimmung

Reagenzien

- 20 %ige H₂SO₄ (Schwefelsäure)
- verkupferte Zinkgranalien (**werden bereitgestellt !**)

Herstellung der verkupferten Zinkgranalien

100 g Zinkgranalien werden mit einer ca. 4 %igen H₂SO₄ gewaschen, bis das Zn eine glänzende Oberfläche bekommt. Anschließend mit Aqua dest nachwaschen. Etwas Aqua dest und 20 ml 5 % CuSO₄ – Lösung zugeben. Das Zn bekommt nun einen dunklen Belag. Nochmals mit Aqua dest nachwaschen und die Granalien an der Luft trocknen.

Durchführung

5 ml des Filtrats bzw. der Eichlösung werden in ein Reagenzglas gegeben, mit 5 ml Aqua dest. versetzt und mit 0,5 ml 20 %iger H₂SO₄ angesäuert. Anschließend gut durchmischen und bei 210 nm in einer **Quarzküvette** am Spektralphotometer messen. Nach der ersten Messung werden den Proben, nicht aber den Eichreihen, mit einer Pinzette 2 verkupferte Zinkgranalien zugesetzt und die Proben über Nacht unter dem Abzug, abgedeckt stehen gelassen. Am nächsten Tag werden die Proben erneut bei 210 nm photometrisch gemessen.

Hinweis: Quarzküvetten sind sehr teuer!! Bitte sorgfältig damit umgehen.

Eichreihe (in 0,0125 M CaCl ₂ – Lösung)						
NO ₃	0	2,5	5	7,5	10	mg · l ⁻¹

Auswertung

Der erste gemessene Wert entspricht dem gesamten extrahierten NO₃ zuzüglich der gelösten organischen Substanz, die bei der gleichen Wellenlänge absorbiert wie Nitrat. Durch die Zugabe der verkupferten Zinkgranalien wird das Nitrat zu N₂ reduziert. Das bedeutet, daß in der 2. Messung nur noch die gelöste organische Substanz erfaßt wird. Subtrahiert man den zweiten Messwert vom ersten Messwert, so erhält man den Anteil des austauschbaren NO₃.

Das Ergebnis wird in mg NO₃-N kg⁻¹ Trockensubstanz angegeben (Wassergehalt beachten).

6.3 Bestimmung des austauschbaren Sulfat

Reagenzien

- 1 %ige NaCl– Lösung (Natriumchlorid)

Durchführung

50 g trockener 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.

6.3.1 Turbidimetrische Sulfat-Bestimmung

Reagenzien

- BaCl₂ (Bariumchlorid)-Gelatine-Lösung (**wird bereitgestellt !!**)
(2,5 g gemahlene Gelatine in 600 ml Aqua bi-dest. bei 40°C lösen, 60 ml 1 M HCl und 20g BaCl₂ x 2 H₂O zugeben und auf 1000 ml auffüllen. Trübe durch Zentrifugieren 10 min bei 10000 Upm entfernen. Zur Stabilisierung 1 ml Chloroform zugeben).

Durchführung

Je nach zu erwartendem Sulfatgehalt 0,1 - 7,5 ml Probenlösung bzw. 1 ml Eichlösung in Reagenzgläser pipettieren und mit Aqua dest. auf ein Volumen von 7,5 ml auffüllen. 2,5 ml BaCl₂-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.

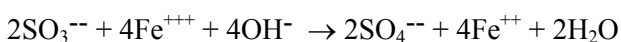
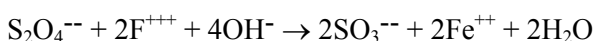
Eichreihe (in 1% NaCl – Lösung)							
SO ₄ ²⁻	0	20	50	100	150	300	mg l ⁻¹

Das Ergebnis wird in mg SO₄ – S kg⁻¹ angegeben.

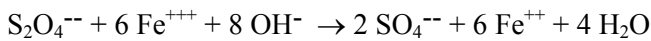
7 BESTIMMUNG DER EISENOXIDE

Grundlagen

Eisen kommt im Boden außer in silicatischer Bindung überwiegend als amorphe und kristalline Oxide und Hydroxide 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 an der 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 verwendet man meistens Extraktionslösungen, die bei mäßig saurer bis schwach alkalischer Reaktion Fe entweder durch Komplexbildung (oxalsaurer NH₄-Oxatlösung, 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^{++} , so daß keine Hydroxid-Niederschläge entstehen können. Das extrahierte Eisen wird anschließend kolorimetrisch bzw. 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 nun 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_4 -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.

7.1 Bestimmung des dithionitlöslichen Eisen

Reagenzien

- Na-Dithionit (**giftig, unter Abzug und mit Schutzkleidung einwiegen**)
- 0,3 M Natriumcitratlösung (mit 2 %iger Essigsäure auf pH 7,3 einstellen)
- 1,25 %ige NaOH (Natronlauge)

Durchführung

500 mg trockenen Feinboden der Marsch bzw. 5 g tr. Feinboden des Podsol in 50 ml Zentrifugenbecher einwiegen, *40 ml Na-Citratlösung 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 einer 1,25 % igen NaOH lösen. In das Zentrifugenglas 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 einem 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 1:10 mit Aqua dest verdünnen. Die Bestimmung der Eisenionen erfolgt am AAS.

Eichreihe (in 1:10 verdünnter Na-Citrat/Dithionit/Natronlauge-Lösung ansetzen)

Fe	0	1	5	10	mg l ⁻¹
----	---	---	---	----	--------------------

Das Ergebnis wird in mg Fe kg⁻¹ angegeben.

7.2 Bestimmung des oxalatlöslichen Eisen

Reagenzien

- Oxalatlösung [17,56 g Oxalsäure ($\text{COOH}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) + 28,4 g Ammoniumoxalat ($(\text{COONH}_4)_2 \text{H}_2\text{O}$)] l⁻¹, pH 3,25 (mit Ammoniak-Lsg. 25%, Abzug!), beim Lösen leicht erwärmen!

Durchführung

1 g trockenen Feinboden der Marsch bzw. 10g tr. Feinboden des Podsol mit 100 ml Oxalatlösung versetzen, 1 h im Dunkeln schütteln und filtrieren. Proben 1:10 mit Aqua dest. verdünnen. Fe-Messung erfolgt am AAS.

Eichreihe (in 1:10 verdünnter Oxalatlösung ansetzen)					
Fe	0	1	5	10	mg l⁻¹

Das Ergebnis wird in mg Fe g⁻¹ angegeben.

8 BESTIMMUNG DES CARBONATGEHALTS

Grundlagen

In Böden treten Carbonate überwiegend als CaCO₃ (meist Calcit, selten Aragonit) oder CaMg(CO₃)₂ (Dolomit) auf. Unter anaeroben Bedingungen können außerdem Eisencarbonate (Siderit-FeCO₃) und Mangancarbonate (Rhodochrosit-MnCO₃) entstehen. In Salzböden arider Gebiete sind häufig Alkalicarbonat (Soda-Na₂CO₃ · 10 H₂O) vorhanden.

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



zerstört (Me = Metallkation). Das Volumen des freigesetzten CO₂ wird gemessen und daraus der Carbonatgehalt errechnet.

8.1 Halbquantitative Carbonat-Bestimmung

Reagenzien

- HCl 1:3 verd. (Salzsäure)

Durchführung

Ca. 2 g Boden werden auf einem Uhrgläschen zunächst mit aqua dest. angefeuchtet (gilt nur, wenn mit trockenem Boden gearbeitet wird) und dann mit 1:3 verdünnter HCl versetzt. Der Carbonatgehalt kann dann grob nach Stärke und Dauer des Aufbrausens geschätzt werden:

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

8.2 Quantitative Carbonatbestimmung nach Scheibler

Reagenzien

- HCl 1:3 verd. (Salzsäure)
-

Eichung

Zur Eichung des Gerätes wird zunächst 250 mg chemisch reines CaCO₃ in das Reaktionsgefäß eingewogen (Vorlage ca. 15 ml) und das CO₂-Volumen ermittelt (mehrere Parallelen).

Durchführung

Trockene Feinerde wird in das Reaktionsgefäß gegeben und mit aqua dest. angefeuchtet (Einwaage siehe Tabelle unten). Dann wird ein Einsatzgefäß mit ca. 10 ml 1:3 verdünnter HCl gefüllt und vorsichtig in das Reaktionsgefäß eingeführt, ohne Bodenmaterial mit HCl zu benetzen. Nach Aufsetzen des Stopfens und Öffnen des Entlüftungshahnes an der Scheibler Apparatur wird der Flüssigkeitsstand in den kommunizierenden Röhren auf Null gestellt. Nach dem Schließen des Entlüftungshahnes wird die Flüssigkeit in den kommunizierenden Röhren auf eine Vorlage (siehe Tabelle unten) abgelassen. Dann wird die Salzsäure aus dem Einsatzgefäß durch Neigen des Reaktionsgefäßes in Kontakt mit der Bodenprobe gebracht. In dem Maße, wie das Niveau der Flüssigkeit in dem rechten Rohrende durch das

freigesetzten CO₂ absinkt, steigt es im linken Rohr. Ist die Gasentwicklung beendet, stellt man Niveaueausgleich her und liest das CO₂-Volumen in ml ab.

Empfohlene Einwaagen und Vorlagen bei entsprechendem Carbonatgehalt:

Ungefährer Carbonatgehalt	Einwaage	Vorlage
• ca. < 2 %	10 g	0 - 5 ml
• 2 - 5 %	5 g	5 - 15 ml

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 H₂S einen zu hohen CO₂-Gehalt vortäuscht.

Auswertung und Interpretation

Aus den ermittelten Eichwerten, die bei gleichen Umweltbedingungen (Temperatur, Luftdruck) gemessen werden müssen, können die CaCO₃ –Gehalte der Proben errechnet werden.

Das Ergebnis wird in % CO₃ angegeben.

Führt man die Messung ohne Eichung durch, kann der CO₃-Gehalt wie folgt berechnet werden:
Die erhaltenen CO₂-Volumina werden zunächst auf Standardbedingungen (V₀ bei 0°C = 273 K und 760 mm Luftdruck) umgerechnet:

$$\%CO_3 = \frac{a \cdot p \cdot 0,1204}{(273 + t) \cdot E} \text{ Formel falsch!}$$

a = Volumen CO₂ in cm³
t = Raumtemperatur in °C
p = Luftdruck in mm Hg
E = Bodeneinwaage in g

Die Bezeichnung der Böden nach ihrem Carbonatgehalt wird in folgender Weise vorgenommen:

Gesamtcarbonate (%)	Bezeichnung
< 0,5	sehr carbonatarm
0,5 - 2	carbonatarm
2 – 10	carbonathaltig
10 – 25	carbonatreich
25 – 50	sehr carbonatreich
> 50	extrem carbonatreich

9 BESTIMMUNG DES GLÜHVERLUSTES SOWIE DES KOHLENSTOFF- UND STICKSTOFFGEHALTS

9.1 Bestimmung des Glühverlustes bei 430 ° C

Durchführung

Etwa 5 g 105° C getrockneter Feinboden (EINWAAGE) wird in einen bis zur Gewichtskonstanz getrockneten und ausgewogenen Porzellantiegel (TARA) eingewogen. 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

Rückwaage (g) – Tara (g) = Aschegewicht (g)

Einwaage (g) – Aschegewicht (g) = Glühverlust (g)

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

9.2 Bestimmung des C/N-Verhältnisses

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 CO₂ oxidiert und ihre Stickstoffverbindungen über NO_x zu N₂ reduziert. In einem integrierten Gaschromatographen wird das Gasgemisch getrennt und mit Hilfe eines Wärmeleitfähigkeitsdetektors gemessen.

Durchführung

Der Feinboden wird in einer Kugelmühle gemahlen und bei 105°C getrocknet. Je nach Humusgehalt werden 20-50 mg Boden in spezielle Zinnhütchen mit der Analysewaage eingewogen, mit besonderem Besteck verschlossen und in den Probensteller eingesetzt.

Die Analyse erfolgt instrumentell am C/N-Analyser.

Die Ergebnisse werden als Prozentanteil des Kohlenstoffs und des Stickstoffs angegeben. Zusätzlich wird das C/N-Verhältnis berechnet.

Methodische Fehlerquellen

Methodische Fehler können hauptsächlich durch schlecht homogenisierte und schlecht getrocknete Proben auftreten.

Auswertung und Interpretation

Mit Hilfe der Bestimmung im C/N-Analyser wird der Kohlenstoffgehalt der Proben bestimmt. (Bei kalkhaltigen Böden ist der C-Gehalt des CaCO₃ zu subtrahieren). Die Umrechnung vom C-Gehalt in organische Substanz erfolgt unter der Annahme eines mittleren C-Gehaltes der organischen Substanz von 50 % (Faktor = 2,0):

1 % humusarm	2 - 4 % mittel humos	8 - 15 % sehr stark humos	30 - 60 % moorerdig
1 - 2 % schwach humos	4 - 8 % stark humos	15 - 30 % humusreich	60 - 100 % torfig

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

- 10 eng (sprechen für Mull)
- 10 - 20 mittel (sprechen für Moder)
- 20 - 40 weit (sprechen für Rohhumus)
- 40 sehr weit (sprechen für Hochmoor-Torf)

10 BESTIMMUNG DER CO₂-ABGABE DES BODENS

Grundlagen

Infolge der Atmung von Organismen der Bodenfauna (Bakterien, Pilzen, Kleinlebewesen) und der Wurzelatmung geben Böden CO₂ an die Atmosphäre ab („Bodenatmung“). Die Höhe der CO₂ – 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 CO₂ – Abgabe läßt sich allerdings nicht auf die Situation am Standort übertragen, da zum einen die Wuzelatmung fehlt und wichtige Parameter wie Wassergehalt, Temperatur und Gefüge verändert sind.

Reagenzien

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

Durchführung

100 g Frischboden (parallel dazu 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. Der Boden wird nun 24 Std. bei 25° C inkubiert.

Parallel dazu einen Blindversuch (ohne Boden) laufen lassen.

Nach Ende der Inkubation wird in die NaOH-Lösung unter langsamem Rühren mit Hilfe einer Bürette 0,2 M HCl bis zum Entfärben der Probe (pH 7) getropft.

Reaktion im Weckglas:

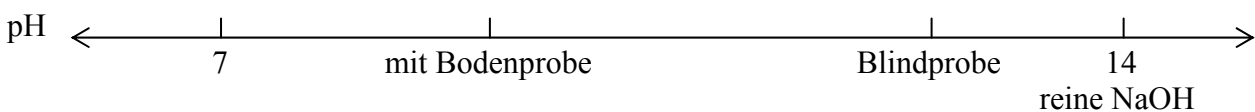
- Das aus dem Boden entweichende CO₂ löst sich in wäßriger Lösung.
$$\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_2\text{CO}_3$$
- Anschließend reagiert H₂CO₃ mit NaOH, wobei Na₂CO₃ ausfällt.
$$2 \text{NaOH} + \text{H}_2\text{CO}_3 \Rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 \downarrow + 2 \text{H}_2\text{O}$$

Bei dieser Reaktion sinkt der pH-Wert der NaOH ab.

Reaktion bei Titration:

- Nach Beendigung des Versuchs wird die NaOH-Lösung des Versuchsansatzes und der Blindprobe mit HCl auf einen definierten pH-Wert (hier pH 7) titriert.
$$\text{NaOH} + \text{HCl} \rightleftharpoons \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$$

pH-Wertbereiche der NaOH-Lösungen im Versuch



Anhand des aktuellen Wassergehalts wird das Trockengewicht des eingesetzten Bodens bestimmt und die CO₂-Abgabe pro kg Trockenboden und Stunde berechnet.

Berechnung

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

10.1 Erfassung der Makro -und Megafauna (> 1mm)

Grundlagen

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

Material und Geräte

Spaten, 1l- Stechringe, Kunststoffwannen, eventuell Spülschüsseln und Schnappdeckelgläser.

Durchführung

Im Gelände werden 4 * 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. Am nächsten Tag werden die Proben in eine Kunststoffwanne geschüttet und per Hand verlesen. Die Ansprache der Tiergruppen erfolgt nach dem aufgeführten Bestimmungsschlüssel.

11 BESTIMMUNG DES PH-WERTES UND DER PUFFERKAPAZITÄT DES BODENS

11.1 Bestimmung des pH-Wertes

Reagenzien

- Aqua dest.
- 0,01 M CaCl₂-Lösung (Calciumchlorid)

Durchführung

Je 10 g Boden wird in ein kleines Gefäß gegeben und mit 25 ml Aqua dest. bzw. einer 0,01 M CaCl₂-Lösung homogenisiert und während einer Gleichgewichtseinstellung (1 bis 2 h) mehrmals umgerührt. Das für die pH-Messung zu verwendende Spannungsmessgerät (pH-Meter) wird mit Standard-Pufferlösungen von pH 4,0 und pH 7,0 geeicht.

Methodische Fehlerquellen

Der pH (H₂O) des Bodens ist vom Gehalt an leicht löslichen Salzen abhängig. Außerdem können bei der pH-Bestimmung in wässrigen Suspensionen größere Diffusionspotentiale als in CaCl₂- oder KCl-Lösung auftreten.

Auswertung und Interpretation

Die pH-Werte sind 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.

11.2 Säureneutralisationskapazität, Laugenneutralisationskapazität, 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) (wenn der pH des Bodens > 7 ist)
- 0,1 M NaOH bzw. 0,01 M NaOH (Natronlauge) (wenn der pH des Bodens < 7 ist)

Durchführung

Nach der Bestimmung des pH-Wertes in Aqua dest. wird dem Boden solange entweder HCl oder NaOH (bei humosen Horizonten 0,1 M, bei den anderen Horizonten 0,01 M Lösungen) 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.

Berechnung

Aus dem Verbrauch von NaOH kann der Kalkbedarf und die BNK, aus dem Verbrauch von HCl die SNK des Bodens berechnet werden.

Das Ergebnis ist in mmol H^+ bzw. $OH^- \cdot kg^{-1}$, der Kalkbedarf in $kg CaCO_3 \cdot ha^{-1}$ anzugeben

Fehlerquellen

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

12 HERSTELLEN EINER EICHREIHE UND EICHEN VON MEßGERÄTEN

Meßgeräte (z.B. Photometer oder Atomabsorbtionsspektrometer AAS) können nicht direkt die Konzentration eines Stoffes in einer zu messenden unbekanntem Lösung ausgeben; die Meßgeräte müssen zunächst geeicht werden. Dazu muß eine Reihe von Lösungen mit bekannten Konzentrationen dieses Stoffes, eine sogenannte Eichreihe, erstellt und an diesem Gerät gemessen werden. Danach kann man Proben mit unbekanntem Konzentrationen messen und die ermittelten Meßwerte der Eichreihe zuordnen.

Jede Messung kann nur so genau sein wie die erstellte Eichreihe!

Herstellung einer Eichreihe am Beispiel Natrium:

Zunächst wird eine sogenannte **Stammlösung** mit Konzentration von 100 mg Na l^{-1} erstellt. Dazu nimmt man ein leichtlösliches Na-Salz, z.B. NaCl (Natriumchlorid) und berechnet, wieviel NaCl l^{-1} eingewogen werden muß, um eine Konzentration von 100 mg Na l^{-1} zu erreichen:

Molgewicht NaCl: 58,44

Molgewicht Na: 22,99

$100 \text{ mg} : 22,99 = X : 58,44$

$X = 254,2 \text{ mg}$

Also $254,2 \text{ mg NaCl l}^{-1}$ ergeben 100 mg Na l^{-1} .

Die Stammlösung wird in der Regel in aqua dest. angesetzt.

Aus der Stammlösung werden nun mehrere **Eichlösungen** mit verschiedenen Konzentrationen angesetzt, z.B.: $0 - 5 - 10 - 20 \text{ mg Na l}^{-1}$. Dazu wird die Stammlösung 1:20 – 1:10 bzw. 1:5 mit der Lösung verdünnt, in der auch die Proben angesetzt sind (Matrix). Also $5 - 10$ bzw. 20 ml der Stammlösung mit der Matrix auf 100 ml auffüllen. 0 mg Na l^{-1} bedeutet, daß nur die Matrix genommen wird. **(Zum Ansetzen der Eichlösungen immer geeichte Meßkolben verwenden!)**

Aufgabe

Jede Gruppe soll eine Ca- und eine P-Eichreihe mit folgenden Konzentrationen herstellen:

- **Ca:** $0 - 1 - 2 - 4 - 10 - 20 - 50 \text{ mg l}^{-1}$ in $0,1 \text{ M SrCl}_2$ -Triethanolamin (siehe austauschbare Kationen) aus $\text{CaCl}_2 \cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ (Calciumchlorid-Hexahydrat).
- **P:** $0 - 0,2 - 0,4 - 0,6 - 0,8 - 1,0 - 1,2 - 2,0 \text{ mg l}^{-1}$ in $0,02 \text{ M Ca-Laktat}$ $0,02 \text{ M HCl-Lösung}$ (siehe austauschbares Phosphat) aus KH_2PO_4 (Kaliumdihydrogenphosphat).

Die Ca-Eichreihe wird am Atomabsorbtionsspektrometer (AAS), Die P-Eichreihe nach Anfärben im Photometer gemessen. Im Anschluß werden Eichkurven gezeichnet und die Kurvenfunktion berechnet (wird im Seminar erklärt)..

13 AUSWERTUNG UND STATISTIK:

Um die Vielzahl der Meßergebnisse zu reduzieren und in eine für die Interpretation und Darstellung sinnvolle Form zu bringen, bedarf es statistischer Methoden. Im folgenden sind einige grundlegende Formeln aufgeführt.

Mittelwert (Mean): $\bar{x} = \frac{\sum(x)}{n}$

Standardabweichung (Standard Deviation): $s(x) = \sqrt{\text{var}(x)}$
 $s(x) = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}}$

Variationskoeffizient (Coefficient of Variation) $CV = \frac{s(x) \cdot 100}{\bar{x}}$

13.1 Regression

Lineare Regressionsgleichung der Form: $\bar{y} = m\bar{x} + b$

Die Steigung **m** (linearer Regressionskoeffizient) der am Besten angepaßten Regressionsgleichung ist gegeben durch die Formel:

$$m = \frac{\text{cov}(x, y)}{\text{var}(x)} \qquad \text{cov}(x, y) = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{(n - 1)}$$

$$m = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sum (x - \bar{x})^2} \qquad \text{var}(x) = \frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}$$

Ist m berechnet, kann durch Einsetzen der Mittelwerte von x und y der Y – Achsenabschnitt b berechnet werden.

13.2 Korrelation (Pearson`scher Korrelationskoeffizient)

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

$$r = \frac{\text{cov}(x, y)}{s_x \cdot s_y} \qquad s(x) = \sqrt{\text{var}(x)}$$

$$r = \frac{\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})}{\sqrt{\sum (x - \bar{x})^2} \cdot \sqrt{\sum (y - \bar{y})^2}} \qquad s(x) = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}}$$

Einfacher Bestimmungsschlüssel für wichtige Gruppen wirbelloser Tiere (> 1 mm):

1 Tier wurmähnlich *oder* mit deutlich strukturiertem, gegliedertem Körper, Beine und Flügel zumindest angedeutet, Tier beweglich; → 2

1* 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; → 3

2* Beine vorhanden; → 6

3 mit Kriechsohle, schleimig: *Nackt- oder Gehäuseschnecke*

3* ohne Kriechsohle; → 4

4 Körperlänge übertrifft Körperdurchmesser weit, ausgeprägte Wurmform; → 5

4* Körper kürzer, meist weißlich; Vorderende meist spitz mit schwarzem Mundhaken; Körper deutlich in max. 15 Segmente gegliedert: *Insektenlarven*

5 Ringelung fehlt: *Fadenwürmer*

5* Ringelung vorhanden; wenn Ringelung nur schwach ausgebildet, dann Würmer nicht länger als 1,5 cm und glasartig hell: *Ringelwürmer*

6 Beine eng an Körper anliegend; Flügelanlagen und Kopf erkennbar: *Insektenpuppen*

6* Beine frei beweglich; → 7

7 mehr als 4 Beinpaare; → 8

7* 4 oder weniger Beinpaare; → 9

8 typische Asselform, nur 1 Beinpaar pro Segment: *Asseln (Krebse)*

8* Tiere nicht asselähnlich; wenn asselähnlich, dann 2 Beinpaare pro Segment: *Tausendfüßler*

9 4 Beinpaare: *Spinnen*

9* 3 Beinpaare: *Insekten und Insektenlarven*