

Bestimmung von Kohlenstoff in Extrakten

Version 1.2 (2020)

Code der Referenzmethode	B-OC-E			Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland		
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)		
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen		
	Standortcharakterisierung			x
	Schadstoffbeurteilung			
	Düngeruntersuchungen	Recyclingdünger	Kompost	
			Gärgut fest	
			Gärgut flüssig	
			Klärschlamm	
		Hofdünger	Mist	
			Gülle	
		Mineraldünger		
Pflanzenkohle				
Forschungsmethoden				
Analysenprogramm	Probennahme	B-M-PN		
	Probenaufbereitung	B-PAL		
	Aufschluss	B-CN-Ex		
	Messung	B-OC-E		
Konzentrations- / Messbereich				
Angabe der Ergebnisse				
Bemerkungen für äquivalente Methoden				
Sicherheit / Umwelt				



1. Prinzip

Dem Aufschluss des organisch gebundenen Kohlenstoffs durch konzentrierte Schwefelsäure folgt die Oxidation des Kohlenstoffs zu Kohlendioxid durch eine Kaliumdichromatlösung. Silber dient als Katalysator. Im Messbereich von 10 - 60 mg C wird die Abnahme der Konzentration der orangefarbenen Kaliumdichromatlösung bei 440 nm photometrisch bestimmt. Die Eichung erfolgt mit einer Glukoselösung.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte:

- (A) 50 ml Bechergläser.
- (B) Messkolben verschiedene Grössen.
- (C) 100-1000 µl Variopipette.
- (D) 2000 µl Variopipette.
- (E) 25 ml Messpipette.
- (F) 2000 µl Fixpipette.
- (G) Reagenzröhrchen mit Schraubverschluss und hitzebeständigem/säurebeständigem Teflondeckel (Volumen 8 ml, Grösse: 12 x 100 mm).
- (H) Ultraschall-Bad.
- (I) Trockenschrank (Temperatur konstant einstellbar).
- (J) Präzisionswaage (0.01 g Teilung).
- (K) Analysenwaage (0.1 mg Teilung).

Reagenzien

- (1) Glukose, wasserfrei ($C_6H_{12}O_6$, $M = 180.16$ g/mol) (getrocknet)
- (2) Reinst-Wasser (H_2O , Leitfähigkeit < 0.06 µS/cm)
- (3) Schwefelsäure konz. (H_2SO_4 , $M = 98.08$ g/mol, $d = 1.84$, 95 - 97 %)
- (4) Kaliumdichromat-Silbersulfatlösung:
2.5 g Silbersulfat (Ag_2SO_4 , $M = 311.8$ g/mol) werden in 250 ml H_2SO_4 konz. (3) gelöst
600 mg getrocknetes Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$, $M = 294.18$ g/mol) werden in einem 50 ml Messkolben mit H_2O (2) auf 50 ml aufgefüllt und im Ultraschall-Bad vollständig gelöst.
 - 25 ml der $K_2Cr_2O_7$ -Lösung werden mit der 25 ml Messpipette (E) in einen 250 ml Messkolben gegeben und mit der mit Ag_2SO_4 versetzten H_2SO_4 konz. auf 250 ml aufgefüllt. Genaues Einstellen der $K_2Cr_2O_7$ -/ H_2SO_4 konz.-/ Ag_2SO_4 -Lösung muss im abgekühlten Zustand erfolgen.
 - Das viskose Reagenz vor Gebrauch gut schütteln.
- (5) 0.5 M Kaliumsulfat-Lösung:
87.135 g Kaliumsulfat krist. reinst (K_2SO_4 , $M = 174.27$ g/mol) in 1l-Messkolben in H_2O (2) lösen.

Arbeitsvorschrift

- a) Vorbereitung der Extrakte
 - Extrakte (vgl. Methode B-BM-FE) einen Tag vor der Analyse der Gefriertruhe entnehmen und im Kühlraum über Nacht auftauen lassen. Nach der Analyse sofort wieder einfrieren.
 - Extrakte nach dem Auftauen sehr gut schütteln und den $CaSO_4$ -Niederschlag mindestens eine halbe Stunde vor der Analyse absetzen lassen.
- b) Erstellen der Kalibriergeraden

- Die Kalibriergerade wird mit 6 Kalibrierpunkten erstellt (0/25/50/75/100/125/150 mg Glukose/l = 0/10/20/30/40/50/60 mg C/l).
- Für die Stammlösung der Glukosestandards werden 1250 mg der zuvor getrockneten Glukose in einem 100 ml Messkolben mit Reinst-Wasser (2) auf 100 ml aufgefüllt, im Ultraschall-Bad (H) lösen und gut schütteln.
- Von der Stammlösung werden folgende Mengen Stammlösung in einen 100 ml Messkolben pipettiert und mit Reinst-Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

µl Stammlösung	Endkonzentration mg Glukose/l	mg C/l
1200	150	60
1000	125	50
800	100	40
600	75	30
400	50	20
200	25	10
0	0	0

Die Glukosestandards maximal für einen Tag im Kühlschrank aufbewahren.
Pro Probendurchsatz eine Glukosekalibriergerade erstellen.

- c) C-Oxidation
- Jeweils 2 ml der Kaliumdichromat-Silbersulfatlösung (4) mit Fixpipette (F) (aussensitzende Tropfen 2 - 3 mal abstreifen) und 2 ml Extrakt mit Variopipette (D) in ein Reagenzröhrchen (G) pipettieren. An das Gewinde sollte kein Reagenz kommen (Deckelgewinde nicht Säure-Hitze-resistent). Reagenzröhrchen danach gut verschliessen, schütteln und aussen säubern.
 - Die gefüllten Reagenzröhrchen für 3 Stunden bei $150 \pm 5^\circ\text{C}$ in den Trockenschrank stellen. Die Reaktionstemperatur sollte weder über- noch unterschritten werden.
- d) Photometrie
- Die während ca. 45 Minuten erkalteten Proben werden gut geschüttelt und mit dem Photometer möglichst ohne Unterbrechung bei 440 nm gemessen. Die Null-Einstellung des Photometers erfolgt mit Reinst-Wasser (2).
 - Den Glukosestandard jeweils vor und nach den Extrakten messen.
- e) Verdünnung
- Falls der C-Gehalt über 60 mg C/l beträgt, müssen die Extrakte mit 0.5 M Kaliumsulfatlösung (5) verdünnt werden. Während der Analyse (bis feststeht ob eine Verdünnung notwendig ist) können die Proben im Kühlraum aufbewahrt werden.

3. Berechnung

mg C/l Messlösung aufgrund der Kalibriergeraden

mg C/l Extraktionslösung = mg C/l Messlösung * Verdünnungsfaktor

4. Resultatangabe

Kohlenstoffgehalt in der Extraktionslösung, mg C/l, 1 Dezimalstelle

5. Bemerkungen

- C-Verunreinigungen der Glaswaren werden durch Spülen mit Reinst-Wasser ohne Spülmittel und staubgeschütztes Aufbewahren verhindert.
- Diese Methode wurde für die Bestimmung von geringen C-Gehalten in Extrakten der FEM-Methode (B-BM-FE) entwickelt. Sie wurde bezüglich dem Einsatz von Extrakten und Reagenzien miniaturisiert und erlaubt einen hohen Probendurchsatz.
- Berechnung des C-Gehaltes bezogen auf Bodentrockensubstanz:

Gehalt im Boden = Gehalt in der Extraktionslösung multipliziert mit Gesamtflüssigkeitsmenge im Extrakt dividiert durch Menge Bodentrockensubstanz

$$\text{mg C/kg Boden-TS} = a * (x + (EW * WG \%)) / (EW * TS \%)$$

wobei:

a = C-Gehalt in der Extraktionslösung (mg C/l)

x = zugegebene Menge Extraktionslösung (ml)

EW = Bodeneinwaage (naturfeucht) (g)

WG % = Wassergehalt des naturfeuchten Bodens (vgl. Methode TS) (%)

TS % = Trockensubstanzgehalt des naturfeuchten Bodens (vgl. Methode TS) (%)

6. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1 (1996)	Erstellung Methode		
Version 1.1 (1998)	Freigabe Methode		
Version 1.2 (2020)	Editorisch	Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout	