

Extraktion und Bestimmung von wasserlöslichem Fluorid

Version 1.1 (2020)

Code der Referenzmethode	H2O-F		Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)	
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen	
	Standortcharakterisierung		
	Schadstoffbeurteilung		x
	Recyclingdünger	Kompost	
		Gärgut fest	
		Gärgut flüssig	
		Klärschlamm	
	Hofdünger	Mist	
		Gülle	
	Mineraldünger		
	Pflanzkohle		
	Forschungsmethoden		
Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen			
Zulassungskriterien für Labors			
Analysenprogramm	Probennahme	SDAN-PN	
	Probenaufbereitung	SDAN-PA	
	Aufschluss	H2O-F	
	Messung	H2O-F	

Konzentrations- / Messbereich	
Angabe der Ergebnisse	mg F / kg lufttrockenen Boden; eine Dezimale
Äquivalente Methoden	
Sicherheit / Umwelt	



Extraktion und Bestimmung von wasserlöslichem Fluorid

1. Prinzip

Die Bodenproben werden mit Wasser im Verhältnis 1 : 50 extrahiert. Der Gehalt an wasserlöslichem Fluorid wird mittels ionenselektiver Elektrode bestimmt.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte

- (A) Waagen 0.01g und 0.0001g
- (B) Horizontal-Schüttelmaschine
175 U/min.
Flaschen längs in Schüttelrichtung liegend.
- (C) Trockenschrank
- (D) mV/pH-Meter
- (E) Magnetrührer
- (F) Fluoridelektrode
- (G) Referenzelektrode
- (H) pH-Elektrode
- (I) Faltenfilter S+S 602 ½ h
- (J) Exsikkator
- (K) Messkolben 50 und 500 mL
- (L) Polyethylenflaschen (PE-LD) 100 und 250 mL
- (M) Trichter
- (N) ev. Dispenser
- (O) 25 mL Pipetten
- (P) µl Spritze

Reagenzien

- (1) Demineralisiertes Wasser, Leitfähigkeit < 0.1 µS/cm (25°C)
- (2) Fülllösung für die Referenzelektrode: Kaliumchlorid 3 mol/L (Electrolyte for combined electrodes 6.2308.020 Metrohm)
- (3) Salzsäure 1:1 verdünnt:
500 mL Wasser (1) vorsichtig mit 500 mL Salzsäure [HCl 37 % p.a. 1l=1.19kg] versetzen.
- (4) Citratpufferlösung pH 6.0:
294 g tri-Natriumcitrat-Dihydrat [$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a.] in 1000 mL Becherglas einwiegen, in ca. 700 mL Wasser (1) auflösen und sofort rühren (E). Den pH-Wert mit Salzsäure (3) auf 6.0 einstellen. Die Lösung quantitativ in einen 1000 mL Messkolben spülen und mit Wasser (1) zur Marke auffüllen.

(5) Fluorid-Standardlösungen:**(5a) Fluorid-Stammlösung:** 1 g F/L, gebrauchsfertig**(5b) Lösung B (25 µg F/mL):** 2.5 mL Fluorid-Stammlösung (5a) in einen 100 mL Messkolben pipettieren und mit Wasser (1) auf 100 mL verdünnen.**(6) Kalibrierlösungen:**

0	µg F/mL :	150	mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.
0.025	µg F/mL:	500	µl Lsg. B (5b), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.
0.05	µg F/mL:	1000	µl Lsg. B (5b), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.
0.10	µg F/mL:	2000	µl Lsg. B (5b), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.
0.20	µg F/mL:	4000	µl Lsg. B (5b), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.
0.5 µg F/mL:	10000	µl Lsg. B (5b), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.	
1.0 µg F/mL:	500	µl Stammlsg. (5a), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.	
2.0 µg F/mL:	1000	µl Stammlsg. (5a), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.	
5.0 µg F/mL:	2500	µl Stammlsg. (5a), 150 mL Citratpufferlsg. (4) mit Wasser (1) auf 500 mL verdünnen.	

Arbeitsvorschrift

2 g Boden (getrocknet bei 40°C, <2 mm) in 250 mL Polyethylenflasche (L) einwiegen und mit 100 mL Wasser (1) versetzen. 2 Stunden bei 175 U/min. (B) schütteln und anschliessend durch Faltenfilter (I) in eine 100 mL Polyethylenflasche (L) filtrieren.

25 mL Extrakt in 50 mL Messkolben pipettieren, mit 15 mL Citratpufferlösung (4) versetzen und die Lösung mit Wasser (1) auf 50 mL verdünnen.

Kalibrierung:

Ca. 50 mL Kalibrierlösung (6) in ein Messgefäss geben und mit gleichbleibender Geschwindigkeit (E) rühren (Rührer nach der Messung ausschalten). Die Kalibrierlösungen (6) messen und die Messwerte, welche nach einer Messzeit von ca. 4 Minuten stabil bleiben, ablesen.

Die Probenlösungen anschliessend in Serien zu 10 Lösungen messen. Nach jeder Serie die Kalibrierlösungen (6) erneut messen.

3. Berechnung

Aus den acht Wertepaaren der Kalibrierlösungen, den dekadischen Logarithmen (log -1.602, -1.301, -1.000, -0.699, -0.301, 0.000, 0.301 und 0.699) der Fluoridgehalte und den Mittelwerten der Messwerte, lässt sich eine Bezugsfunktion berechnen. Anschliessend aus den Messwerten der Probelösungen auf die Fluoridgehalte (Werte entlogarithmieren) umrechnen.

$$\mu\text{g F / g} = \frac{c \cdot V_1 \cdot 100}{V_2 \cdot 2} = \text{mg F / kg}$$

- c: $\mu\text{g F / mL}$ verdünnter Extrakt
V₁: Volumen der Zwischenverdünnung in mL
V₂: für die Zwischenverdünnung verwendete Menge Bodenextrakt in mL
100: Extrakt-Gesamtvolumen in mL
2: Einwaage der Bodenprobe in g

4. Resultatangabe

mg F / kg lufttrockenen Boden; eine Dezimale

5. Bemerkungen

Der Gehalt an wasserlöslichem Fluorid ist am Tag der Extraktion zu bestimmen.

Die Kalibrierlösungen sind in Polyethylenflaschen im Kühlschrank 2 Wochen haltbar.

Der pH-Wert der Lösungen muss zwischen 5 und 6.5 liegen.

Während der Messung ist auf eine konstante Temperatur der Lösungen zu achten.

Erfolgt die Messung von Hand, werden die mV-Werte nach ca. 4 Min. abgelesen.

Falls die Messung automatisiert ist, werden z. B. folgende Metrohm Geräte benötigt:

- Steuergerät (Control Unit) 657
- Netzverteiler E 550
- pH / Ion Meter 692
- WISA-Pumpe Modell 300
- Probenwechsler 624.0030, Probenbecher Ø 65mm, h 110mm
- Toshiba-Rechner T 1200 XE
- Software für PC Vesuv 2.0 (Metrohm)

6. Literatur

- Instruction manual for fluoride electrode, model 94-09, Orion Research Inc., Cambridge, Mass (1977).

7. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1.0 (2001)	Erstellung Methode		
Version 1.1 (2021)	Elektronische Publikation mit geändertem Layout		

Impressum

Herausgeber	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Auskünfte	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020