

## Applikationsbericht Atmungsaktivität von Böden Standardprüfansatz



Prof. Dr. Harald Platen  
Anna Wirtz

Fachbereich KMUB  
Umwelt- und Hygienetechnik  
und  
Zentrum für Umwelttechnologie

Wiesenstrasse 14  
D-35390 Giessen

Telefon und Fax:  
+49-641-3092533

e-mail:  
[harald.platen@tg.fh-giessen.de](mailto:harald.platen@tg.fh-giessen.de)

Web-Site:  
[http://www.fh-giessen.de/WEB\\_TG/uht.htm](http://www.fh-giessen.de/WEB_TG/uht.htm)

Matrix: Böden und Feststoffe  
Applikationen zur Analytik  
Nr. 2

**Bestimmung der Atmungs-  
aktivität von Böden und  
Feststoffen mit dem Mess-  
system OxiTop® Control**

**Standardprüfansatz**

1. Auflage, Juli 1999

# BSB

AB\_BSB\_Boden+Festst.2, Pruefansatz\_lab\_01\_D

**Anmerkung:** Dieser Bericht wurde mit dem OxiTop®-C erstellt. Alle Verfahrensschritte können auf das OxiTop®-IDS übertragen werden.

## Anwendungsbereich

Bestimmung der Atmungsaktivität von Böden, Komposten, Schlämmen und allen anderen festen Stoffen im Messbereich von 1,5 bis 1800 mg O<sub>2</sub>/[kg\*d] in den Aufgabenbereichen

- Landwirtschaftliche Untersuchungen
- Altlastuntersuchung
- Abfalluntersuchungen
- Grundlagenforschung

Weitere Informationen und Verweise zu diesem Thema sind in den Literaturstellen [1] - [12] zu finden.

## Messprinzip

Manometrische Messung des Sauerstoffverbrauchs bei gleichzeitiger Absorption von CO<sub>2</sub> in Natronlauge. Wahl des geeigneten Messbereichs durch Verwendung von Messgefäßen verschiedener Größe und unterschiedlicher Einwaagemengen an Testmaterial.

## Material

OxiTop®-C Messköpfe (WTW, Weilheim, FRG)

OxiTop® OC 110 Controller (WTW, Weilheim, FRG)

ACHAT OC PC Communication Software (WTW, Weilheim, FRG)

Datenübertragungskabel Typ AK 540/B für RS 232

Messgefäß MG 1,0 und 1,5 mit Deckelverschluss DV/MG (WTW, Weilheim, FRG)

thermostatisierbarer Raum oder Thermostatschrank in Varianten TS606/2.... TS606-G4/Var (WTW, Weilheim, FRG)

Personal Computer, Mindestausstattung: Prozessor 80486, 16 MB RAM, RS232 Schnittstelle

Betriebssystem Windows 3.1 oder 3.11 Tabellenkalkulationsprogramm EXCEL®5.0 (Microsoft)

Laborwaage (Ablesegenauigkeit: mind. 0,1 g)

Bechergläser (50 mL)

Vollpipette, 50 mL

Messzylinder, 50 mL

Natronlauge (1 mol/L)

Vaseline

## Durchführung der Messung

| Lfd. Nr. | Arbeitsschritt  | Erläuterungen, Anmerkungen, Hinweise   |
|----------|---|--|
| 1        | <p>Zu untersuchende Materialprobe auf den für den Untersuchungszweck optimalen Wassergehalt einstellen [1].</p> <p>Einen Teil des Materials für eine Trockensubstanzbestimmung zurücklegen [3]</p>  | <p>Bei Böden: I.d.R. die Hälfte (50%) der maximalen Wasserkapazität.</p> <p>Bei Komposten: Einstellen der Konsistenz nach der Faustprobe [2].</p> <p>Je nach Fragestellung können davon abweichende Wassergehalte eingestellt werden.</p>  |
| 2        | <p>Festlegen der geeigneten Probenmenge für die Prüfung (100 bis 300 g)</p> <p>Festlegen des geeigneten Messgefäßes (MG 1,0 oder MG 1,5)</p> <p>Für sehr niedrige Messbereiche ist auch die Verwendung eines Messgefäßes mit dem Volumen 0,55L möglich (Fa. Weck, Öfringen, FRG), jedoch mit Deckelverschluss ohne Halterung für das Absorptionsgefäß.</p> <p>(Empfehlungen siehe Tab. 1)</p> | <p>Probenmenge und Gefäßgröße werden danach festgelegt, wie hoch die zu erwartende Atmungsaktivität des Probenmaterials ist.</p> <p>Bei hoher zu erwartender Atmungsrate wählt man das Reaktionsgefäß möglichst groß und die Probenmenge möglichst klein (vgl. Tab. 1).</p> <p>Bei zu geringen Probenmengen wird die Probenrepräsentativität geringer.</p> |
| 3        | Einbringen des Materials in das Messgefäß in lockerer Schüttung   |  |
| 4        | Dichtring des Deckelverschlusses mit Vaseline dünn einfetten  | Vorsicht! Kein Siliconfett verwenden, da dieses bei Kontakt mit den OxiTop®-Messköpfen diese beschädigen kann.   |
| 5        | Absorptionsgefäß mit 50 mL Natronlauge (1M) in die Halterung des Deckelverschlusses bringen   | Die Konzentration des CO <sub>2</sub> Absorbers sollte wegen Änderung der Trockensubstanz (Wasserverlust) möglichst gering sein. (Empfehlung <2M)  |
| 6        | Deckel aufsetzen und mit 4 Klammern befestigen (4x90°)  |  |
| 7        | Gummiköcher einsetzen   | <p>Diese Verbindung nicht fetten!</p> <p>Gummiköcher ggf. als Dichtung ablängen!</p>   |
| 8        | OxiTop®-C-Messkopf dicht aufschrauben   | Mäßig festziehen, keine Gewalt anwenden!   |
| 9        | Einbringen des Prüfansatzes in den thermostanten Raum oder Thermostaten-schrank   | Um konstante Startbedingungen zu gewährleisten bzw. Fehlmessungen zu vermeiden, empfiehlt es sich, alle Materialien und Bauteile vorzutemperieren.   |
|          |   |  |

| Lfd. Nr. | Arbeitsschritt  | Erläuterungen, Anmerkungen, Hinweise  |
|----------|---|---|
| 10       | Starten der Messwertaufnahme mittels Controller im Modus „Druck p“  | Die Gesamtmesszeit hängt von verschiedenen Faktoren ab. Für natürliche Böden empfehlen sich Messzeiten um 7 Tage; eine allgemeingültige Empfehlung kann jedoch nicht gegeben werden.<br><br>Im gesamten Messzeitraum werden in äquidistanten zeitlichen Intervallen 360 Meßwerte aufgenommen  |
| 11       | Damit keine sauerstofflimitierenden Messbedingungen eintreten, in regelmäßigen Abständen die Messdaten der Messköpfe in den Controller übertragen. Bei Unterschreitung eines definierten Druckwertes bzw. des eingestellten Warndruckes von z.B. -100 hPa betroffene Messgefäße/Proben bearbeiten z.B. durch Belüften, Zugabe von Nährlösung, Probenentnahme, Neubefüllung CO <sub>2</sub> -Absorber usw. Vor Beginn und nach Ende der Aktion Momentanwert abrufen und im Controller abspeichern (max 10 Momentanwerte M01...M10) | Bei der manometrischen / respirometrischen Bestimmung der Atmungsaktivität nimmt der Sauerstoffpartialdruck in dem geschlossenen Messgefäß während der Messung ab. Bei Einhaltung eines Mindestsauerstoffpartialdruckes wird die biologische Aktivität der Mikroorganismen nicht beeinträchtigt. Das OxiTop-C®-Control Messsystems dokumentiert den gesamten Druckverlauf bzw. den Sauerstoffverbrauch als graphische Funktion. |
| 12       | Wird der o.a. Druckbereich unterschritten, ist das Messgefäß zu öffnen und die Natronlauge auszutauschen.   | Dieser Vorgang kann im vorgesehenen Messzeitraum beliebig oft bzw. über 10 speicherbare Momentanwerte wiederholt werden, ohne dass der Messkopf neu gestartet werden muss.  |
| 13       | Am Ende der Messung werden die Daten mittels ACHAT OC-Software in einen PC übertragen und mit EXCEL aufbereitet.  | Die gespeicherten Momentanwerte sind am Ende der Wertetabelle mit M01 bis M10 aufgelistet und über Excel ( Differenzbildung) als stetige Funktion darstellbar/auswertbar.   |

**Tabelle 1:** Empfohlene Gefäßauswahl und Probenmenge

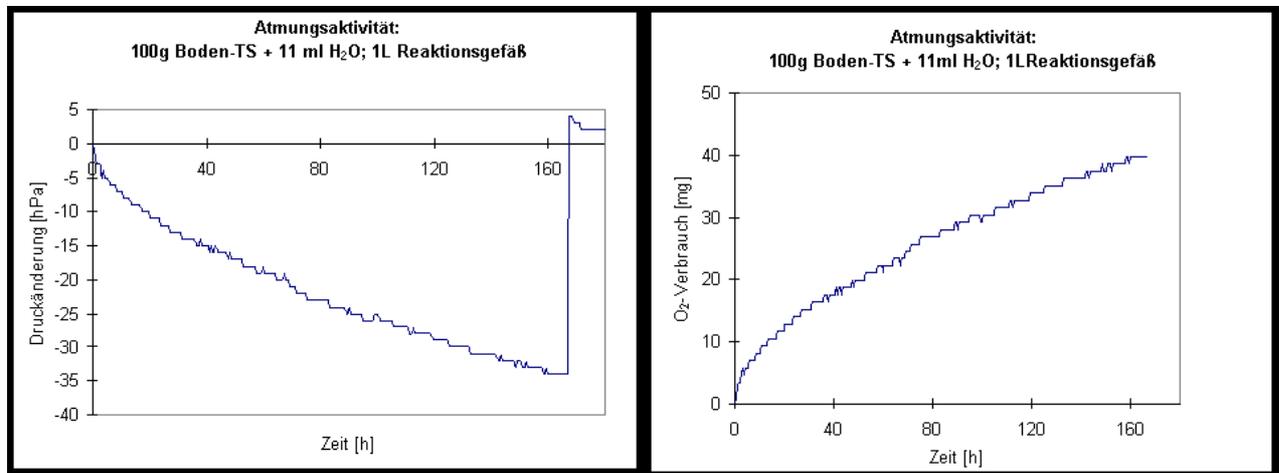
| Probenmaterial                                | Empfohlenes Gefäßvolumen | Empfohlene Probenmenge |
|---|--------------------------|------------------------|
| Boden, biologisch wenig aktiv                 | 1,0 L*)                  | 300 g                  |
| Boden, biologisch „normal“ aktiv              | 1,0 L                    | 100 bis 300 g          |
| Boden nach Zusatz leicht abbaubaren Materials | 1,5 L                    | 100 g                  |
| Kompost (biologisch hoch aktiv)               | 1,5 L                    | 50 g                   |

\*) ggf. Sondergröße mit 0,55 L verwendbar mit Deckelverschluss ohne Halterung für Absorptionsgefäß

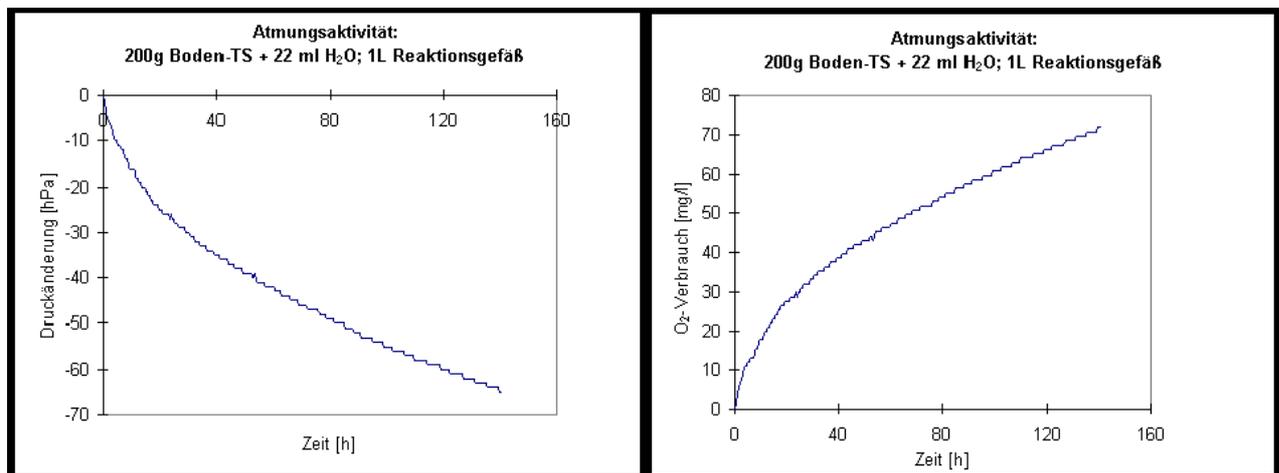
# BSB

AB\_BSB\_Boden+Festst.2, Pruefansatz\_lab\_01\_D

## Beispiele von Messergebnissen



**Abbildung 1: Bestimmung der Atmungsaktivität eines Bodens bei 20°C.** 100 g des lufttrocknen Bodens wurden durch Zusatz von 11 mL Leitungswasser auf einen Wassergehalt von 50% der  $WK_{max}$  gebracht. Der Boden wurde in ein Reaktionsgefäß von 1 L Volumen eingebracht und die Prüfung entsprechend dem o.a. Protokoll durchgeführt. Die linke Abbildung zeigt den mit dem OxiTop®-Control-Messsystem aufgenommenen Druckverlauf, die rechte Abbildung die daraus berechnete verbrauchte Sauerstoffmenge. Nach 40 h ist die Sauerstoffverbrauchsrate annähernd linear; für den anschließenden Zeitraum ergibt sich eine Sauerstoffverbrauchsrate von 42 mg O<sub>2</sub>/[kg TS\*d]



**Abbildung 2: Bestimmung der Atmungsaktivität eines Bodens bei 20°C.** 200 g des lufttrocknen Bodens wurden durch Zusatz von 22 mL Leitungswasser auf einen Wassergehalt von 50% der  $WK_{max}$  gebracht. Der Boden wurde in ein Reaktionsgefäß von 1 L Volumen eingebracht und die Prüfung entsprechend dem o.a. Protokoll durchgeführt. Die linke Abbildung zeigt den mit dem OxiTop®-Control-Messsystem aufgenommenen Druckverlauf, die rechte Abbildung die daraus berechnete verbrauchte Sauerstoffmenge. Nach 60 h ist die Sauerstoffverbrauchsrate annähernd linear; für den anschließenden Zeitraum ergibt sich eine Sauerstoffverbrauchsrate von 35 mg O<sub>2</sub>/[kg TS\*d]

# BSB

## AB\_BSB\_Boden+Festst.2, Pruefansatz\_lab\_01\_D

Für beide o.a. Prüfungen wurde der gleiche Boden verwendet. Die Ergebnisse entsprechen sich im Rahmen der Messunsicherheit recht gut. Allerdings sind Unterschiede in der Anlaufphase zu erkennen (in den ersten 20 bis 60 Stunden). Wie dieses zu werten ist, ist Gegenstand weiterer Untersuchungen. Aus Gründen der Transparenz sollte man ergänzend zum Messergebnis der Atmungsrate angeben, nach welcher Anlaufzeit (= Lag-Phase) diese erreicht wurde. Die Beobachtung, daß ein frisch befeuchteter Boden in den ersten Stunden eine erhöhte Atmungsaktivität aufweist, ist bereits in der Literatur beschrieben.

### Literaturhinweise

- [1] Platen, H., Wirtz, A. (1998). Applikationen zur Analytik Nr. 1: Bestimmung der Atmungsaktivität in Böden und anderen Feststoffen mit dem Meßsystem OxiTop®-Control - Grundlagen und Verfahrenskenngrößen-, 1. Auflage Fachhochschule Gießen-Friedberg, Wiesenstraße 14, 35390 Gießen.
- [2] Bundesgütegemeinschaft Kompost (Hrsg.; 1994). Methodenhandbuch zur Analyse von Kompost. Verlag Abfall, Stuttgart, FRG
- [3] DIN 38414 Teil 2 (1985). Bestimmung des Wassergehaltes und des Trockenrückstandes bzw. der Trockensubstanz. In: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, 15. Lieferung. VCH, Weinheim, FRG und Beuth-Verlag Berlin, FRG.
- [4] Sommer, I. (1996). Entwicklung und Prüfung eines neuen Messsystems zur Bestimmung der Bodenatmung mit anschließenden Versuchen zur Korrelation mit der Mikroorganismenzahl. Diplomarbeit, Fachhochschule Gießen-Friedberg, Fachbereich KMUB, Wiesenstraße 14, 35390 Gießen.
- [5] Mößner, R. (1997). Weiterführende Untersuchungen zur Anwendbarkeit des OxiTop®-OECD-Messsystems zur Bestimmung der Bodenatmung. Diplomarbeit, Fachhochschule Gießen-Friedberg, Fachbereich KMUB, Wiesenstraße 14, 35390 Gießen.
- [6] DECHEMA (1992). Labormethoden zur Beurteilung der biologischen Bodensanierung. 2. Bericht des interdisziplinären Arbeitskreises "Umweltbiotechnologie - Boden", Frankfurt, FRG
- [7] DECHEMA (1995). Biologische Testmethoden für Böden. 4. Bericht des interdisziplinären Arbeitskreises "Umweltbiotechnologie - Boden", Frankfurt, FRG
- [8] Platen, H., Bauer, S. (1996). Entwicklung der Bodenatmung in einem Ackerboden nach Kontamination mit Diesel im Laborversuch.. In: In-situ-Sanierung von Böden. 11. DECHEMA-Fachgespräch Umweltschutz, DECHEMA, Frankfurt, FRG: 229-239.
- [9] Isermeyer, H. (1952). Eine einfache Methode zur Bestimmung der Bodenatmung und der Karbonate im Boden. Z. Pflanzenern. Bodenk. 56: 25-38
- [10] Alef, K. (1995). Soil respiration. In: Alef, K., Nannipieri, P. (eds.). Methods in applied soil microbiology and biochemistry. Academic Press, London, UK: 214-219.
- [11] VAAM (1994). Regeneration mikrobieller Aktivität in Böden nach natürlichen Stresssituationen - Bewertungskriterium für die Bodenqualität. BioEngineering 10 (6/94): 38-41.
- [12] Robertz, M., Eckl, S., Muckenheim, T., Webb, L. (1997). Kostengünstige Methode zur Bestimmung der Bodenatmung belasteter und unbelasteter Böden. Applikationsbericht AL 97004, Forschungszentrum Jülich, FRG.

# BSB

AB\_BSB\_Boden+Festst.2, Pruefansatz\_lab\_01\_D

## Hinweis

Die Angaben in unseren Applikationsberichten dienen ausschließlich der prinzipiellen Darstellung der Vorgehensweise bei der Anwendung unserer Messsysteme. Besondere Eigenschaften der jeweiligen Probe im Einzelfall oder spezielle Rahmenbedingungen auf Anwenderseite können jedoch eine veränderte Durchführung des Verfahrens oder ergänzende Maßnahmen erforderlich machen oder im Einzelfall dazu führen, dass ein beschriebenes Verfahren für die beabsichtigte Anwendung ungeeignet ist.

Außerdem können besondere Eigenschaften der jeweiligen Probe wie auch spezielle Rahmenbedingungen zu abweichenden Messergebnissen führen.

Die Applikationsberichte wurden mit größtmöglicher Sorgfalt erstellt. Trotzdem können wir für ihre Richtigkeit keine Gewähr übernehmen.

Es gelten unsere Allgemeinen Geschäftsbedingungen in der jeweils aktuellen Fassung.

Haben Sie noch weitere Fragen? Bitte wenden Sie sich an unser Customer Care Center:

### **Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG**

Dr.-Karl-Slevogt- Straße 1

D-82362 Weilheim

Tel: +49 (0)881 / 183-0

/ 183-100

Fax: +49 (0)881 / 183-420

Email: [TechInfo.wtw@xylem.com](mailto:TechInfo.wtw@xylem.com)

Internet: <http://www.xylemanalytics.com>