

Applikationsbericht Sauerstoffverbrauch und Kohlendioxidbildung



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

Web-Site:
http://www.fh-giessen.de/WEB_TG/uht.htm

Matrix: Böden und Feststoffe
Applikationen zur Analytik
Nr. 4

**Messung von Sauerstoff-
verbrauch (manometrisch
mit OxiTop® Control) und
Kohlendioxidbildung
(titrimetrisch)**

1. Auflage, Juli 1999

BSB

AB_BSB_Boden+Festst.4, CO2_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 und anderen festen Stoffen mit und ohne Zusatz von Substraten im Messbereich von 3,0 bis 1800 mg O₂/[kg*d] (manometrisch) bzw. 20 bis etwa 10000 mg CO₂/[kg*d] (titrimetrisch) in den Aufgabenbereichen

- Landwirtschaftliche Untersuchungen
- Altlastenuntersuchungen
- 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 CO₂ in Natronlauge und titrimetrische Bestimmung der in der Natronlauge absorbierten Kohlendioxidmenge.

Material

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

OxiTop[®] OC110 Controller (WTW, Weilheim, FRG)

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

Datenübertragungskabel Typ AK 540/B für RS 232 (WTW, Weilheim, FRG)

Messgefäß MG 1,0 und MG 1,5 L 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, Schnittstelle RS232

Betriebssystem Windows 3.1 oder 3.11

Software EXCEL[®] (Microsoft, USA)

Vaseline

Laborwaage (Ablesegenauigkeit: mind. 0,1 g)

Bechergläser (50 mL)

thermostatisierbarer Raum oder Thermostatschrank in Varianten TS606/2.... TS606-G4/Var

Vollpipetten 50 mL

Messzylinder, 50 mL

Bürette (50 mL)

Erlenmeyerkolben 300mL

Magnetrührer

Magnetrührstab

Natronlauge (1 mol/L)

Salzsäure (1 mol/L)

Bariumchloridlösung (0,5 mol/L)

Phenolphthalein-Reagenzlösung (0,1% in 60% Ethanol)

Durchführung der Messung

Lfd. Nr.	Arbeitsschritt	Erläuterungen, Anmerkungen, Hinweise
1	<p>Die Vorbereitung der Prüfansätze und Durchführung der manometrischen Messung erfolgt in der Weise, wie in Applikation Nr.2 (Arbeitsschritte 1-13) beschrieben.</p> <p>Als weitere Kontrolle wird ein Messgefäß vorbereitet, in das 50 mL der gleichen Natronlauge eingebracht wird, wie in den Messansätzen. Diese wird zu den entsprechenden Messzeitpunkten ebenfalls titriert (Erfassung des Blindwerts der Natronlauge)</p>	<p>Für diese Applikation ist zu beachten, dass die verwendete Natronlauge die Konzentration von 1 mol/L exakt aufweist und dass exakt 50,0 mL davon als Absorptionsmittel eingesetzt werden; dies ist Voraussetzung für die exakte titrimetrische CO₂-Bestimmung</p> <p>Ein möglicher Blindwert hat seine Ursache darin, daß die Natronlauge während ihrer Lagerung bereits CO₂ aus der Luft aufgenommen hat. Aus diesem Grund sollte die Natronlauge möglichst wenig Kontakt mit Luft haben (Gefäße unverzüglich verschließen). Der natürliche CO₂-Gehalt der Luft (ca. 0,03% bis 0,04%) entspricht 0,012 mmol/L.</p>
2	<p>Zusätzlich zur manometrischen Sauerstoffverbrauchs-messung wird nach jedem Öffnen des Reaktionsgefäßes die Natronlauge sofort nach dem folgenden Protokoll (ab Pkt. 3) titriert. (Verfahren nach Isermeyer [1]). Damit die Natronlauge keine nennenswerten Mengen an CO₂ aus der Laborluft absorbiert, muss nach Öffnen des Reaktionsgefäßes schnell gearbeitet werden.</p>	<p>Die theoretische maximale CO₂-Absorptionskapazität von 50 mL 1,0 mol/L NaOH beträgt 25 mmol:</p> $2 \text{ NaOH} + \text{CO}_2 \rightarrow \text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{O}$ <p>Diese darf erfahrungsgemäß nur zu 50% ausgeschöpft werden, damit die Absorptionsgeschwindigkeit nicht begrenzt wird.</p> <p>Da in vielen Fällen das Verhältnis CO₂-Bildung zu O₂-Verbrauch um 1:1 liegt bedeutet dies für ein 1 L-Reaktionsgefäß, dass etwa 200 mL CO₂ gebildet werden ($\approx 8,3$ mmol, ≈ 365 mg CO₂); damit reicht einerseits die Absorptionskapazität aus, andererseits läßt sich mit ausreichender Präzision titrieren.</p> <p>In der Originalarbeit [1] wird mit 0,1 mol/L NaOH bzw. HCl gearbeitet, was eine empfindlichere Messung ermöglicht. Die Aufnahmekapazität ist dann jedoch so gering, dass die manometrische Messung auf einen kleinen Bereich beschränkt wird.</p>
3	<p>Die Absorptionslösung wird vollständig in einen 300 mL Erlenmeyerkolben überführt und 20 mL einer BaCl₂-Lösung (0,5 mol/L) zugesetzt</p>	<p>Bariumionen binden die Carbonationen: $\text{Ba}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{BaCO}_3 \downarrow$ und gewährleisten damit eine ungestörte Titration der überschüssigen Base.</p>
4	<p>Der Mischung werden einige Tropfen Phenolphthaleinlösung zugesetzt.</p>	<p>Umschlagspunkt etwa bei pH=8,0: alkalisch: rot; neutral/sauer: farblos</p>

Lfd. Nr.	Arbeitsschritt	Erläuterungen, Anmerkungen, Hinweise
5	Die Lösung wird mit HCl (1 mol/L) bis zum Farbumschlag von rot nach farblos titriert.	
6	Die absorbierte CO ₂ -Menge errechnet sich wie folgt: (50 mL – a mL) x 22 mg/mL CO ₂ a = Volumenverbrauch HCl (in mL)	
7	Aus der Druckänderung und der Kenntnis des freien Gasvolumens errechnet man die verbrauchte Sauerstoffmenge [2]	
8	Zur Berechnung des respiratorischen Quotienten dividiert man die CO ₂ -Bildung durch den Sauerstoffverbrauch.	

Beispiele von Messergebnissen

Tabelle 1

Titrationsergebnisse und Berechnung der respiratorischen Quotienten (RQ) der Messansätze nach Abb. 1. Nach der Reaktionsgleichung für den aeroben Glucoseabbau ($C_6H_{12}O_6 + 6 O_2 \rightarrow 6 CO_2 + 6 H_2O$) ist ein theoretischer RQ von 1,38 (bezogen auf die Masse) zu erwarten. Die hier erhaltenen Ergebnisse (RQ = 1,58) weisen darauf hin, daß weniger Sauerstoff verbraucht wurde als es aufgrund der Reaktionsgleichung zu erwarten wäre. Dies hängt u.a. damit zusammen, daß die Mikroorganismen im Baustoffwechsel Elektronen aus der Glucoseoxidation benötigen, die somit nicht zur Reduktion von Sauerstoff zur Verfügung stehen. Zur abschließenden Beurteilung des Messergebnisses sind weitere absichernde Messungen notwendig.

Verfahrensschritt/ Messgröße	Grundatmung	Substratinduzierte Atmung	Für Glucose bereinigte Werte
Titrationsergebnis der 1. Titration	46,5 mL	37,0 mL	-
CO ₂ gebildet bis zur Zeit der 1. Titration	77 mg	286 mg	-
Titrationsergebnis der 2. Titration	-	45,9 mL	-
CO ₂ gebildet bis zur Zeit der 2. Titration	-	90 mg	-
Gesamtmenge gebildetes CO ₂	77 mg	376 mg	299 mg
Gesamtmenge verbrauchter O ₂	40 mg	229 mg	189 mg
Massenverhältnis CO ₂ : O ₂	1,93	1,64	1,58

BSB

AB_BSB_Boden+Festst.4, CO2_lab_01_D

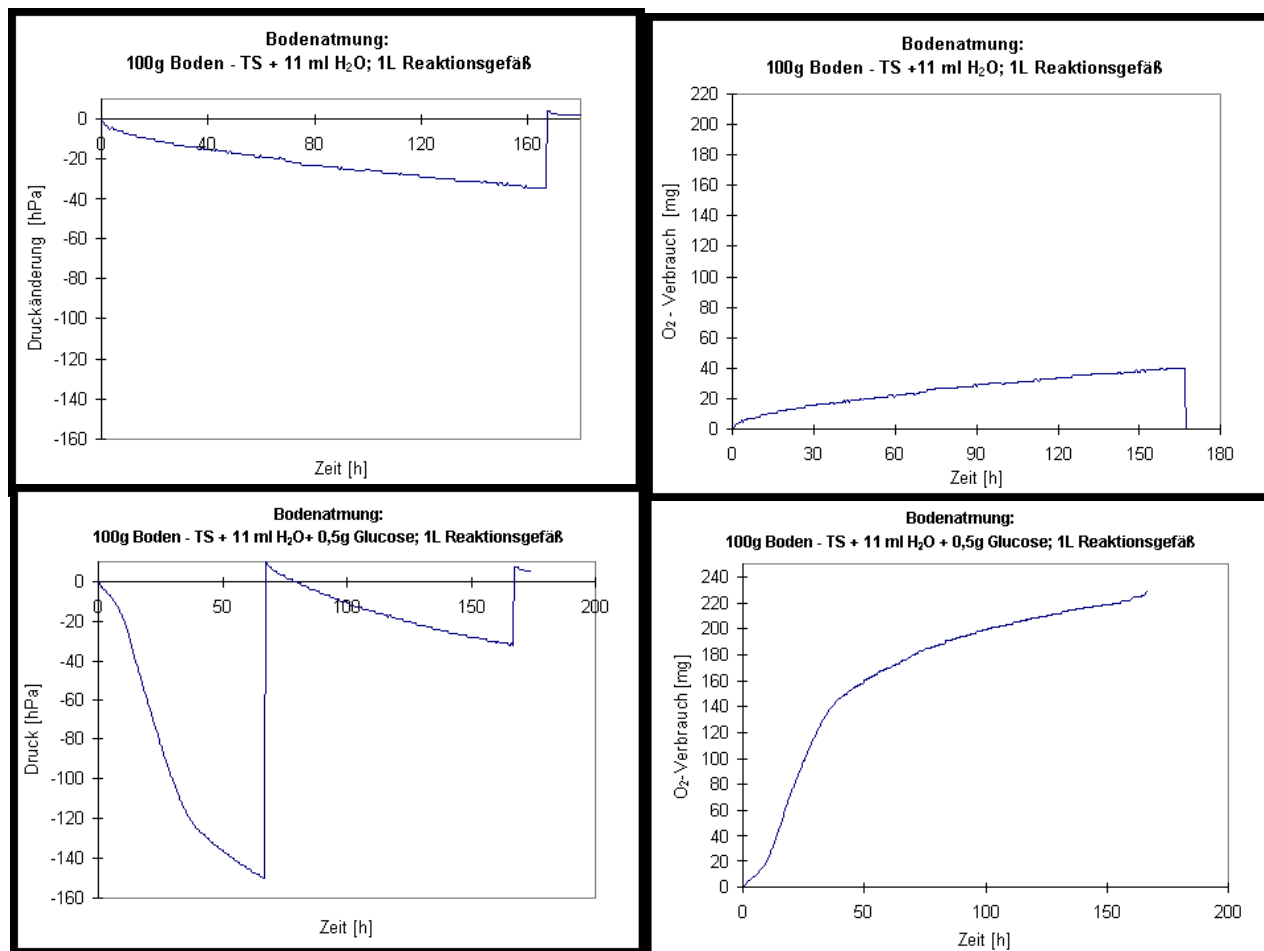


Abbildung 1:

Grundatmung und substratinduzierte Atmung eines Bodens mit $\frac{1}{2} WK_{max}$ (10% Wassergehalt) bei 20°C: Links: Verlauf der Druckabnahme in den Reaktionsgefäßen, rechts: daraus abgeleiteter Sauerstoffverbrauch. Nach Anlegen der Tangenten zum Zeitpunkt $t = 24$ h und $t = 144$ h ergeben sich die in Tabelle 2 aufgeführten Atmungsraten.

Tabelle 2

Atmungsaktivitäten des unbehandelten Bodens (Grundatmung) und des mit Glucose versetzten Bodens ("substratinduzierte Atmung") zu zwei unterschiedlichen Zeitpunkten. Glucose bewirkt beim vorliegenden Boden innerhalb von einem Tage sehr hohe Atmungsraten, die nach 6 Tagen wieder auf Werte abfallen, wie sie zu Beginn der Messung im Kontrollansatz (Grundatmung) vorliegen.

Zeitpunkt nach Beginn [Tage]	Grundatmung mg O ₂ /[kg*d]	Substratinduzierte Atmung mg O ₂ /[kg*d]	Unterschied in den Atmungsraten (Faktor)
1	73,5	1230	17
6	23,2	69,5	3

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. Fachhochschule Gießen-Friedberg, Wiesenstraße 14, 35390 Gießen. 1. Auflage
- [2] Platen, H., Wirtz, A. (1998). Applikationen zur Analytik Nr. 2: Bestimmung der Atmungsaktivität von Böden und Feststoffen mit dem Messsystem OxiTop®-Control Standardprüfansatz. Fachhochschule Gießen-Friedberg, Wiesenstraße 14, 35390 Gießen. 1. Auflage
- [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.

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.



a xylem brand

BSB

AB_BSB_Boden+Festst.4, CO2_lab_01_D

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

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

Email: TechInfo.wtw@xylem.com

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