



Schulung zur Bodenprobenahme während der
SchALVO-Herbstkontrollaktion

Nitratbestimmung in Bodenproben

Untersuchung und mögliche Fehlerquellen

Referat 22, Sachgebiet Bodenuntersuchung und Probenvorbereitung
Dr. Ralf Käsmarker
Fotos: G. Schmidt



Mögliche Fehlerquellen

- Beprobung
 - **falsches Beprobungswerkzeug**
⇒ schlecht / gar nicht gezogenes Probenmaterial
 - **keine schichtengetreue Probenahme**
⇒ falsche Zuordnung / Beurteilung der Schichten
 - **zu wenig Probenmaterial (Becher 1/2 bis 3/4 füllen)**
⇒ keine Untersuchung möglich
 - **zu viel Probenmaterial (Becher 1/2 bis 3/4 füllen)**
⇒ Probleme beim trocknen / aufarbeiten ⇒ zu hohe Nitratwerte
 - **Homogenisierung / Probenteilung (Enqueten)**
⇒ kein repräsentatives Ergebnis / Labore fallen durch Kontrollen



Mögliche Fehlerquellen

- Logistik
 - Probenvertauschung ⇒ **2 x falsche Ergebniszuordnung**
 - falsche Beschriftung ⇒ **falsche Ergebniszuordnung**
 - Erwärmung der Probe ⇒ **Erhöhung der Nitratwerte**
- Analyselabor
 - Probenannahme / Registrierung
 - Lagerung
 - Trocknung / Vorbereitung
 - Analysenverlauf
 - Auswertung



Bodenuntersuchung im Labor am LTZ über 20 000 Nitratproben pro Jahr

1. Probenannahme / Probenlagerung

- Sofortiges Tiefkühlen
 - Erwärmung führt zu höherem Nitratgehalt (Nitrifikation)
Bodenorganismen wandeln organischen Stickstoff zu Nitrat
- Registrieren der Proben im LIMS



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

2. Trocknung

- Trocknen der Bodenproben bei 105 °C über 8 Stunden im Umluftofen
 - Schnelle Aufheizkurve muss gewährleistet sein, sonst wird der Trockenschrank zum Brutschrank



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

3. Vermahlung

- Vor- und Endzerkleinerung der Bodenprobe < 2 mm; mit der Bodenmühle werden Erdbrocken und Steine zerkleinert und homogenisiert
 - In Hochzeiten müssen auch mal bis zu 350 Proben pro Tag gemahlen werden



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

4. Einwaage

- Exakt 25 g Probenmaterial werden in Schüttelflaschen eingewogen
 - In Hochzeiten können das bis zu 300 Proben pro Tag sein



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

5. Extraktion

- Die eingewogenen Proben werden mit jeweils 100 ml CaCl_2 -Lösung versetzt
- Intensives Überkopfschütteln (30 min) löst das Nitrat aus dem Probenmaterial



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

6. Filtration

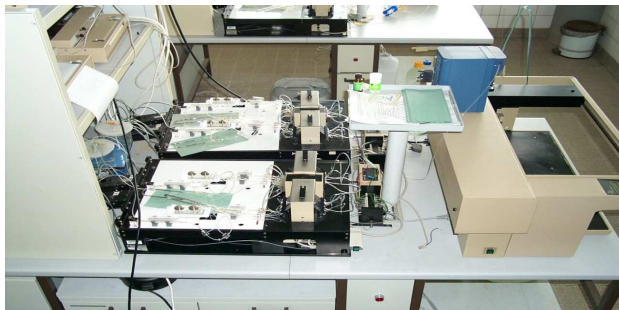
- Die für die Analyse benötigten Filtrate werden durch Filtration über Faltenfilter gewonnen
- Der Zeitaufwand der Filtratgewinnung hängt stark von der Bodenart ab (tonreiche Böden brauchen länger als sandige)



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

7. Chemische Analyse

- Die photometrische Bestimmung des Nitratgehaltes mit einem Continuous-Flow-Autoanalyzer (CFA)
 - Nitrat wird am Cd/Cu-Reduktor zu Nitrit reduziert
 - Nitrit wird chemisch zu einem rotvioletten Diazofarbstoff umgesetzt
 - Die Menge an gebildetem Farbstoff wird bei 540 nm gemessen
 - Nitratgehalt und Menge an gebildetem Farbstoff sind proportional
 - Während der HKA werden bis zu 300 Proben pro Tag gemessen



09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker

8. Berechnung

- Der Nitratgehalt in $\text{kg NO}_3\text{-N/ha}$ der beprobten Bodenschicht wird nach folgender Formel berechnet:

$$\text{kg NO}_3\text{-N/ha} = c \times f \times \frac{M_{Ex}}{M_{Pr}} \times VG \times d$$

- c = Nitratkonzentration der Messlösung (Messwert) [$\text{mg NO}_3\text{/l}$]
- f = Umrechnung NO_3 zu N (Faktor $f = 0,2259$)
- $\frac{M_{Ex}}{M_{Pr}}$ = Ausschüttelverhältnis (Extraktionslösung/Probe)
- VG = Volumengewicht [kg/dm^3]
- d = Schichtdicke [dm]

09/2014 LTZ Dr. Ralf Käsmarker



Laborkontrolle

Nachweis von Fehlern bei der Nitratuntersuchung

- Überprüfung der Analytik
 - Wiederholung von Rückstellproben
- Überprüfung des gesamten Untersuchungsablaufs
 - Einschleusen verdeckter Proben (**Enqueten**)
 - 3fache Probenmenge **sehr gut homogenisiert**
 - Parallele Untersuchung von 3 Laboren
 - 2 Prüflabore (LTZ, Hohenheim) und Analyselabor
 - Auswerten / Vergleichen der 3 Ergebnisse