

3. Probenvorbereitung

3.1 Probennahme, Aufbereitung und Lagerung

Dana Zimmer, Rhena Schumann

Insbesondere für Böden und Sedimente müssen unbedingt repräsentative Probe entnommen werden. Dies wird z. B. durch mehrere Einstiche oder die Entnahme mehrerer Sedimentkerne und ggf. das anschließende Durchmischen mehrerer Proben erreicht. Die Proben können in Kunststoffbeutel gefüllt oder direkt in den Sedimentstechrohren transportiert werden. Sollen weitere Analysen, z. B. zu Konzentrationen von Pflanzenschutzmitteln, durchgeführt werden, sind die Transportbehälter auf die Möglichkeit der (De)Sorption der Analyten zu prüfen und ggf. anzupassen. Ein sehr inertes Material ist Teflon (Polytetrafluorethylen). Bei gleichzeitig geplanter Bestimmung der Schwermetallkonzentrationen muss der Kontakt mit metallhaltigem Material vermieden werden (z. B. Probennehmer, aber auch später: Siebe, Spatel, ...).

3.1.1 Festes Probenmaterial (mit geringem Wassergehalt)

Nach der Probennahme werden die Materialien grob zerkleinert und in flachen Schalen getrocknet. Sehr lehmiger oder sogar toniger Boden sowie Torfe müssen vor der Trocknung zwingend grob zerkleinert werden, da sie ansonsten bei Trocknung zu einem harten Klumpen "verbacken", dessen Zerkleinerung fast unmöglich ist.

Sollen von den Materialien weitere, z. B. molekularbiologische, Analysen durchgeführt werden, sind die Proben entsprechend der sensibelsten Methoden zu behandeln. Das kann die sofortige Verarbeitung frischen Gewebes oder auch ein Einfrieren sein. Bodenproben werden nach der Trocknung auf < 2 mm gesiebt und, falls notwendig, werden Teilproben gemörsert. Sedimente werden nach der Trocknung gemörsert oder gemahlen und je nach Aufschlussverfahren ggf. verascht (z. B. für den Persulfataufschluss). In diesem Fall muss der Glühverlust unbedingt quantifiziert werden.

3.1.2 Wässriges Probenmaterial

Phosphorverbindungen in wässrigen Proben können nur umgewandelt werden: von gebundenem Phosphor in Phosphat (Desorption, Phosphatasen) oder freies Phosphat wird gebunden (Aufnahme in Zellen, Adsorption). Um diese Vorgänge zu verhindern oder zumindest zu verringern, werden die Proben möglichst gekühlt transportiert und maximal wenige Tage bei 4 °C im Kühlschrank gelagert. Am besten werden sie eingefroren gelagert (-20 °C). Für Proben mit hohem Wassergehalten muss unbedingt der Anteil der Trockensubstanz bzw. der Wassergehalt bestimmt werden. Nach der (Gefrier)Trocknung werden die Proben in der Mühle gemahlen. Die Elementgehalte werden nach der Veraschung des Materials bei 550 °C bestimmt. Der Glühverlust muss immer gemessen werden, damit der P-Gehalt aufgeschlossener Aschen wieder auf die Trockenmasse oder das Probenvolumen bezogen werden kann.

Wasserproben werden nicht getrocknet, sondern nasschemisch aufgearbeitet. Eine Aufkonzentrierung von partikulärem organischem Material (POM) auf Glasfaserfilter ist zwar prinzipiell möglich, jedoch enthalten die Filter etwas Phosphor, was die Blindwerte stark erhöht.

3.1.3 Biomasse: Algen, Pflanzen und Tiergewebe

Algen haben im Vergleich zu (höheren) Pflanzen wenig Stützgewebe. Deshalb ist es leicht, die Biomasse zu zerkleinern und zu homogenisieren. Wegen der fehlenden Differenzierung der Thalli brauchen bzw. können keine unterschiedlichen Teile des Organismus untersucht werden.

Die unterschiedlichen Zusammensetzungen von Pflanzengeweben (Stütz- oder Speichergewebe) machen je nach Fragestellung eine separate Untersuchung einzelner Pflanzenteile notwendig. Sehr grobe und feuchte Pflanzenmaterialien, wie z. B. Kartoffelknollen, werden zerkleinert (ggf. die Schale separat) und dann entweder im Trockenschrank getrocknet oder gefriergetrocknet. Pflanzenmaterial wird nach der Trocknung entweder schrittweise gemahlen (erst Grob-, dann Feinmühlen, v. a. bei holzigem Material) und/oder verascht.

Tiere wie Muscheln oder Fische müssen gekühlt transportiert werden und schnell eingefroren werden. Eventuell ist bei Fischen sofort eine Trennung in Fleisch und Gräten bzw. bei Muscheln in Fleisch und Schalen notwendig. Knochen und Schalen können im Trockenschrank getrocknet und anschließend gemahlen werden. Fisch- und Muschelfleisch entwickelt bei

Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben

Veraschung im feuchten Zustand einen sehr starken Geruch und produziert durch die Fettverbrennung große Mengen Ruß. Es kann versucht werden, dies durch vorheriges Einfrieren plus Gefriertrocknung zu verringern. Die außerordentlich hohen P-Gehalte in Knochen und Gräten bedeuten auch, dass sehr geringe Aschemengen eingewogen werden müssen (Reproduzierbarkeit ist schlecht) oder die Messlösungen sehr stark verdünnt werden müssen (geringe Reproduzierbarkeit und Verdünnungsfolgefehler). Aus all diesen Gründen ist es interessant, an Aufschlüssen der Trockenmasse zu arbeiten und die Aufschlussmethode zu optimieren sowie deren Ausbeute zu quantifizieren.

Literatur

DIN 19747 (2009) Untersuchung von Feststoffen –Probenvorbehandlung, -vorbereitung und –aufarbeitung für chemische, biologische und physikalische Untersuchungen.

For citation: Zimmer D, Schumann R (*year of download*) Kapitel 3.1 Probennahme, Aufbereitung und Lagerung (Version 1.0) in Zimmer D, Baumann K, Berthold M, Schumann R: Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben. DOI: 10.12754/misc-2018-0001

Handbuch zur Auswahl der Aufschluss- und Bestimmungsverfahren für Gesamtphosphor in Umweltproben