

KfK 4955
Februar 1992

Der Transfer von Chrom und Cadmium vom Boden in das Bodenwasser und die Messung der austauschfähigen Metallanteile in verschiedenen Böden

**S. Goldbach, H. Schüttelkopf
Hauptabteilung Sicherheit**

Kernforschungszentrum Karlsruhe

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE
Hauptabteilung Sicherheit**

KfK 4955

**Der Transfer von Chrom und Cadmium vom Boden in das Boden-
wasser und die Messung der austauschfähigen Metallanteile in ver-
schiedenen Böden**

S. Goldbach, H. Schüttelkopf

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

Die Adsorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd aus Wasser wurde an sieben Böden studiert. Die Desorption mit Wasser und Lösungen von NH_4NO_3 , MgCl_2 , NaOAc und DTPA wurde gemessen. Die chemisch austauschfähigen Anteile von Cr und Cd wurden bestimmt. Diese Anteile wurden mit wichtigen Bodenparametern verglichen.

Title: The transfer of chromium and cadmium from soil to soilwater and the determination for exchangeable metal fractions in different soils

Summary

The adsorption of ^{51}Cr and ^{109}Cd from water to seven soils was studied. The desorption using water and solutions of NH_4NO_3 , MgCl_2 , NaOAc and DTPA was measured. The exchangeable fractions of Cr and Cd were determined. These fractions were compared with important soil parameters.

Die Verfasser bedanken sich bei Dr. W. Schmidt, HS/B, für die Unterstützung bei den Anwendung der bodenkundlichen Untersuchungsmethoden und bei Herrn J. Hiller für die Messungen am Atomabsorptionsspektrometer.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theorie der Isotopenverdünnungsanalyse	2
3	Material und Methoden	8
3.1	Charakterisierung der Böden nach etablierten Standardmethoden	8
3.2	Bodenuntersuchungen mit Hilfe von Radiotracerexperimenten ...	8
3.2.1	Adsorptionsverhalten der Böden bezüglich der Radiotracer	9
3.2.1.1	Zeitabhängigkeit der Adsorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd	9
3.2.1.2	Adsorption von ^{109}Cd in Abhängigkeit von der Konzentration an stabilem Cd^{2+} in der Bodenlösung	9
3.2.2	Abhängigkeit der Desorption des Radiotracers von verschiedenen Parametern	9
3.2.2.1	Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd mit Wasser als Funktion der Zeit	9
3.2.2.2	Extrahierbarkeit der Radiotracer mit verschiedenen Salzlösungen	10
3.2.2.3	Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd mit DTPA in Abhängigkeit von der Konzentration der DTPA-Lösung	10
3.3	Bestimmung des chemisch austauschfähigen Schwermetallanteils	10
3.3.1	Auslaugung des Bodens mit DTPA	10
3.3.2	Messung der Schwermetallanteile mittels AAS	11
3.3.2.1	Aufschluß der Bodenproben	11
3.3.2.2	Durchführung der Messung	11
4	Ergebnisse	12
4.1	Bodenuntersuchungen nach klassischen bodenkundlichen Methoden	12
4.2	Bodenuntersuchungen mit Hilfe von Radiotracerexperimenten	13
4.2.1	Adsorptionsverhalten der Böden bezüglich der Radiotracer	13
4.2.1.1	Zeitabhängigkeit der Adsorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd	13

4.2.1.2	Adsorption von ^{109}Cd in Abhängigkeit von der Konzentration an stabilem Cd^{2+} in der Bodenlösung	21
4.2.2	Abhängigkeit der Desorption des Radiotracers von verschiedenen Parametern	25
4.2.2.1	Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd vom Boden mit Wasser als Funktion der Zeit	25
4.2.2.2	Extrahierbarkeit der Radiotracer mit verschiedenen Salzlösungen	33
4.2.2.3	Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd mit DTPA in Abhängigkeit der Konzentration der DTPA-Lösung	34
4.3	Bestimmung des chemisch austauschfähigen Schwermetalls sowie des Schwermetallgesamtgehalts	42
4.3.1	Messung der Cr- und Cd-Gesamtgehalte	42
4.3.2	Messung des chemisch austauschfähigen Anteils	42
5	Diskussion der Ergebnisse	46
6	Zusammenfassung	52
7	Literaturverzeichnis	53

ANHANG

1 Einleitung

Schwermetalle können toxisch auf den Menschen wirken, wenn sie über den Transfer Boden - Pflanze in die Nahrungskette gelangen. Eine Schwermetallaufnahme durch die Pflanze ist jedoch nur dann möglich, wenn die Schwermetalle in gelöster Form im Bodenwasser vorliegen. In der vorliegenden Arbeit wird daher der Transfer Boden -Bodenwasser für Cr und Cd genauer untersucht.

Die Schwermetallkonzentration in der Bodenlösung wird unter Verwendung von ^{51}Cr und ^{109}Cd als Tracer mittels Isotopenverdünnungsanalyse und durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) ermittelt. Die Abhängigkeit des Schwermetalltransfers von der Zeit, von Art und Konzentration des Extraktionsmittels sowie von der Konzentration der Metalle im Bodenwasser wird studiert.

Bei den Untersuchungen werden sieben, in ihrer Art sehr unterschiedliche Böden eingesetzt. Chemische und physikalische Eigenschaften der Böden werden nach den etablierten Standardmethoden der Bodenkunde bestimmt.

Die Konzentrationen an chemisch austauschfähigem Schwermetall werden durch Isotopenverdünnungsanalyse ermittelt. Die Kenntnis dieser Konzentrationen und der in der Bodenlösung sich einstellenden Konzentrationen ist unbedingt notwendig zum Verständnis des Boden-Pflanzen-Transfers von Schwermetallen sowie des Mechanismus einer angestrebten Bodendekontamination mit sanften chemischen Mitteln und biologischen Methoden. Die Konzentrationen an mobilem Schwermetall werden mit dem Gesamtgehalt der Schwermetalle im Boden, mit dem pH-Wert, dem Humusgehalt, der Kationenaustauschkapazität sowie dem Gehalt des Bodens an abschlämmbaren Teilen verglichen. Ob das beschriebene Verfahren zur Messung des chemisch verfügbaren Schwermetalls für alle Böden sinnvolle Ergebnisse liefert, wird diskutiert.

2 Theorie der Isotopenverdünnungsanalyse

Die Isotopenverdünnungsanalyse wird grundsätzlich dann angewandt, wenn die vollständige Abtrennung des zu analysierenden Stoffes nicht möglich ist. Anstelle der quantitativen Abtrennung ist lediglich die Separierung eines Teils des Stoffes in reiner Form notwendig. Da eine quantitative Abtrennung des chemisch verfügbaren, isotopenaustauschfähigen und damit mobilen Schwermetallanteils im Boden nicht möglich ist, soll deshalb dieser mobile Anteil in der vorliegenden Arbeit durch Anwendung der Isotopenverdünnungsanalyse gemessen werden. Zu diesem Zweck wird der Boden mit Wasser und dem Radiotracer versetzt und anschließend geschüttelt. Bei diesem Vorgang findet ein Isotopenaustausch zwischen dem Radiotracer und den Schwermetallionen des mobilen Pools statt. Es stellt sich ein Gleichgewicht zwischen der Konzentration des Radiotracers im Boden und in der Lösung ein. Durch Messung der Aktivität in einem Teilvolumen wird der in Lösung verbliebene Anteil des Radiotracers bestimmt.

$$A_{ads,L} = \frac{A_{ads,L,Teil}}{A_{zug}} \cdot \frac{V_{ads,zug}}{V_{ads,L,Teil}} \quad (1)$$

- $A_{ads,L}$: der im Wasser zurückgebliebene Anteil der zugesetzten Aktivität
 $A_{ads,L,Teil}$: Aktivität des zur Messung entnommenen Wassers [Bq]
 A_{zug} : anfangs zugesetzte Aktivität [Bq]
 $V_{ads,L,Teil}$: zur Messung entnommene Wassermenge [l]
 $V_{ads,zug}$: zugesetzte Wassermenge [l]

Der im Boden adsorbierte Anteil beträgt somit

$$A_{ads,B} = 1 - A_{ads,L} \quad (2)$$

- $A_{ads,B}$: im Boden adsorbierter Anteil der anfangs zugesetzten Aktivität

Die tatsächliche Aktivität im Boden $A_{ges,B}$ ist jedoch größer als die des adsorbierten Radiotracers, da nach dem Abdekantieren des Wassers eine gewisse Menge im Boden zurückbleibt, die ebenfalls eine Aktivität aufweist.

$$A_{ges,B} = A_{ads,L,Teil} \cdot \frac{V_{ads,Rest}}{V_{ads,L,Teil}} + A_{ads,B} \cdot A_{zug} \quad (3)$$

- $A_{ges,B}$: tatsächliche Aktivität im Boden [Bq]
 $V_{ads,Rest}$: Volumen des in der Probe zurückgebliebenen Wassers [l]

Der Boden mit dieser Ausgangsaktivität $A_{ges,B}$ wird nun mit DTPA- Lösung ausgelaugt. Dabei stellt sich ein Gleichgewicht zwischen der Konzentration des Radiotracers im Boden bzw. in der Lösung und dem mobilem Schwermetallanteil im Boden bzw. in der Lösung ein.

$$\frac{[Me_m]_B}{[Me_m]_L} = \frac{[Me^*]_B}{[Me^*]_L} \quad (4)$$

- $[Me_m]_B$: Konzentration des mobilen Schwermetalls im Boden [$\mu\text{g/g}$]
 $[Me_m]_L$: Konzentration des mobilen Schwermetalls in der Lösung [$\mu\text{g/l}$]
 $[Me^*]_B$: spezifische Aktivität des Radiotracers im Boden [Bq/g]
 $[Me^*]_L$: Aktivitätskonzentration des Radiotracers in der Lösung [Bq/l]

Da

$$\left[Me_m \right]_B = \frac{m_{m,B}}{m_{EW,vor}} \quad \text{und} \quad \left[Me_m \right]_L = \frac{m_{m,L}}{V_{ads,Rest} + V_{des,zug}} \quad (5)$$

- $m_{EW,vor}$: Masse des anfangs eingewogenen, lufttrockenen Bodens [g]
 $m_{m,B}$: Masse des mobilen Schwermetalls im Boden [μg]
 $m_{m,L}$: Masse des mobilen Schwermetalls in der Lösung [μg]
 $V_{des,zug}$: Volumen der zugesetzten DTPA-Lösung [l]

und außerdem

$$\left[Me^* \right]_B = \frac{A_{des,B}}{m_{EW,vor}} \quad \text{und} \quad \left[Me^* \right]_L = \frac{A_{des,L}}{V_{ads,Rest} + V_{des,zug}} \quad (6)$$

- $A_{des,B}$: Aktivitätsanteil des Radiotracers im Boden
 $A_{des,L}$: Aktivitätsanteil des Radiotracers in der Lösung

folgt aus Gleichung (4)

$$\frac{m_{m,B}}{m_{m,L}} = \frac{A_{des,B}}{A_{des,L}} \quad (7)$$

wobei die Aktivitätsanteile im Boden und in der Lösung durch Messung der Aktivität in einem Teilvolumen der DTPA-Lösung ermittelt werden:

$$A_{des,L} = \frac{A_{des,L,Teil}}{A_{ges,B}} \cdot \frac{V_{des,zug} + V_{ads,Rest}}{V_{des,L,Teil}} \quad (8)$$

$$A_{des,B} = 1 - A_{des,L} \quad (9)$$

$A_{des,L,Teil}$: Aktivität der entnommenen DTPA-Teillösung [Bq]

$V_{des,L,Teil}$: zur Messung entnommenes DTPA-Volumen [l]

Der mobile Schwermetallanteil im Boden setzt sich aus den mobilen Anteilen in Boden und Lösung zusammen

$$m_{m,ges} = m_{m,L} + m_{m,B} \quad (10)$$

$m_{m,ges}$: Masse des gesamten mobilen Schwermetalls

Die Konzentration des Schwermetalls in der DTPA-Lösung wurde mittels Atomadsorptionsspektrometrie bestimmt. Aus dieser Konzentration kann man die Masse des Schwermetalls in der gemessenen DTPA-Lösung berechnen:

$$m_{DTPA} = [Me]_{DTPA} \cdot (V_{des,zug} + V_{ads,Rest}) \quad (11)$$

m_{DTPA} : Masse des Schwermetalls in der DTPA-Lösung nach der Auslaugung [μ g]

$[Me]_{DTPA}$: Konzentration des Metalls in der DTPA-Lösung nach der Auslaugung [μ g/l]

Da die zugesetzte DTPA-Lösung eine geringe, aber nicht vernachlässigbare Schwermetallmenge enthält, die sich wie der Radiotracer zwischen Boden und Lösung verteilt, folgt

$$m_{DTPA} = m_{m,L} + [Me]_{blind} \cdot V_{des,zug} \cdot A_{des,L} \quad (12)$$

$[Me]_{blind}$: Konzentration des Schwermetalls in der DTPA-Lösung vor der Auslaugung [μ g/l]

Löst man Gleichung (12) nach der Masse des mobilen Schwermetalls in der Lösung $m_{m,L}$ auf, so erhält man

$$m_{m,L} = m_{DTPA} - [Me]_{blind} \cdot V_{des,zug} \cdot A_{des,L} \quad (13)$$

Setzt man die Masse des mobilen Schwermetalls im Boden $m_{m,B}$ aus Gleichung (7) in Gleichung (10) ein, so folgt daraus

$$m_{m,ges} = m_{m,L} \cdot \frac{A_{des,B}}{A_{des,L}} + m_{m,L} = m_{m,L} \cdot \left(\frac{A_{des,B}}{A_{des,L}} + 1 \right) \quad (14)$$

Ersetzt man nun $m_{m,L}$ durch Gleichung (13), so ergibt sich

$$m_{m,ges} = m_{DTPA} \cdot \left(\frac{A_{des,B}}{A_{des,L}} + 1 \right) - [Me]_{blind} \cdot V_{des,zug} \cdot (A_{des,B} + A_{des,L}) \quad (15)$$

Unter Berücksichtigung von Gleichungen (8) und (9) ergibt sich mit

$$m_{blind} = [Me]_{blind} \cdot V_{des,zug} \quad (16)$$

m_{blind} : Schwermetallgehalt der DTPA-Blindprobe [μg]

für die Masse des gesamten mobilen Schwermetalls $m_{m,ges}$ folgender Zusammenhang:

$$m_{m,ges} = \frac{m_{DTPA}}{A_{des,L}} - m_{blind} \quad (17)$$

Der absolute Fehler der auf diese Weise ermittelten mobilen Schwermetallmenge beträgt

$$\sigma_{m(m,ges)} = \left[\left(\frac{\sigma_{m(DTPA)}}{A_{des,L}} \right)^2 + \left(\frac{m_{DTPA} \cdot \sigma_{A(des,L)}}{A_{des,L}^2} \right)^2 + \sigma_{m(blind)}^2 \right]^{1/2} \quad (18)$$

Durch Division von $m_{m,ges}$ und $\sigma_{m(m,ges)}$ durch die Einwaage $m_{EW,vor}$ erhält man die Konzentration des verfügbaren Schwermetalls $[Me_m]_{ges}$ und den zugehörigen Fehler.

Neben dieser soeben beschriebenen Methode wurde die mobile Schwermetallmenge durch Messung der Konzentration des Schwermetalls im Boden vor und nach der Behandlung mit DTPA bestimmt. Der Boden wird einem Druckaufschluß unterzogen und anschließend die Schwermetallkonzentration mittels AAS gemessen. Die gemessenen Konzentrationen werden wie folgt in absolute Massen umgerechnet:

$$m_{B, \text{vor}} = [Me]_{B, \text{vor}} \cdot m_{EW, \text{vor}} \quad \text{und} \quad m_{B, \text{nach}} = [Me]_{B, \text{nach}} \cdot m_{EW, \text{nach}} \quad (19)$$

$[Me]_{B, \text{vor}}$:	Konzentration des Schwermetalls im Boden vor der DTPA-Auslaugung [$\mu\text{g/g}$]
$[Me]_{B, \text{nach}}$:	Konzentration des Schwermetalls im Boden nach der Auslaugung [$\mu\text{g/g}$]
$m_{B, \text{vor}}$:	Masse des Schwermetalls im Boden vor der Auslaugung [μg]
$m_{B, \text{nach}}$:	Masse des Schwermetalls im Boden nach der Auslaugung [μg]
$m_{EW, \text{vor}}$:	Masse des anfangs eingewogenen, lufttrockenen Bodens [g]
$m_{EW, \text{nach}}$:	Masse des nach der Auslaugung gefriergetrockneten Bodens [g]

Die Masse des mobilen Schwermetalls in der Lösung kann unter Berücksichtigung der Blindkonzentration der DTPA-Lösung sowie der mobilen Schwermetallmenge in der DTPA-Lösung, die nach der Extraktion im Boden zurückbleibt, wie folgt dargestellt werden:

$$m_{mL} = m_{B, \text{vor}} - (m_{B, \text{nach}} - A_{des, B} \cdot m_{blind} - m_{DTPA, Rest}) \quad (20)$$

$m_{DTPA, Rest}$: Masse des mobilen Schwermetalls in der DTPA-Lösung, die nach dem Extrahieren im Boden zurückbleibt [μg]

$m_{DTPA, Rest}$ wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$m_{DTPA, Rest} = ([Me]_{DTPA} - A_{des, L} \cdot [Me]_{blind}) \cdot V_{DTPA, Rest} \quad (21)$$

$V_{DTPA, Rest}$: Volumen der DTPA-Lösung, die nach der Extraktion im Boden zurückbleibt [l]

Setzt man das Ergebnis von Gleichung (20) in Gleichung (14) ein, so erhält man:

$$m_{m, ges} = \left(m_{B, \text{vor}} - m_{B, \text{nach}} + \left(1 - A_{des, L} \right) \cdot m_{blind} + m_{DTPA, Rest} \right) \cdot \left(\frac{1}{A_{des, L}} \right) \quad (22)$$

Aus Gleichung (21) ist ersichtlich, daß sich die mobile Schwermetallmenge nur dann aus der Differenz der Messungen der Schwermetallkonzentrationen im Boden vor und nach der Auslaugung darstellen läßt, wenn $m_{DTPA, Rest}$ vernachlässigbar ist. Dies gilt in den meisten Fällen. Ansonsten muß zusätzlich die Schwermetallkonzentration in der DTPA-Lösung ermittelt werden.

Die Standardabweichung der so berechneten mobilen Schwermetallmenge kann nach folgender Formel ermittelt werden:

$$\sigma_{m(m, ges)} = \left[\left(\frac{1}{A_{des, L}} \right)^2 \cdot \left(\sigma_{m(B, vor)}^2 + \sigma_{m(B, nach)}^2 + \sigma_{m(DTPA, Rest)}^2 + \sigma_{m(DTPA, Rest)}^2 + (23) \right. \right. \\ \left. \left. + (1 - A_{des, L})^2 \cdot \sigma_{m(blind)}^2 + \frac{1}{A_{des, L}^2} \cdot (m_{B, nach} - m_{B, vor} - \right. \right. \\ \left. \left. - m_{blind} - m_{DTPA, Rest})^2 \cdot \sigma_{A(des, L)}^2 \right) \right]^{1/2}$$

Dividiert man $m_{m, ges}$ und $\sigma_{m(m, ges)}$ durch die Einwaage $m_{EW, vor}$, so erhält man die Konzentration des mobilen Schwermetalls in $\mu\text{g/g}$.

3 Material und Methoden

Für die Untersuchungen wurden sieben verschiedene Böden mit folgenden Bezeichnungen verwendet: Auenboden, Schotterboden, Moorboden, Dautmergel, Buntsandsteinverwitterung, Muschelkalkverwitterung und Granitverwitterung. Die Böden wurden luftgetrocknet, gesiebt (auf < 2 mm) und durch mehrstündiges Schütteln im Überkopfschüttler homogenisiert.

3.1 Charakterisierung der Böden nach etablierten Standardmethoden

Die pH-Werte der Böden wurden in $0,01$ M CaCl_2 (Arbeitsvorschrift siehe Anhang A1) bestimmt. Die Bestimmung des Humusgehalt der Böden erfolgte nach der Lichterfelder-Methode durch Naßveraschung mit anschließender Titration (Arbeitsvorschrift siehe Anhang A2). Als weitere wichtige Eigenschaft wurde die Kationenaustauschkapazität der Böden nach dem in Anhang A3 beschriebenen Verfahren gemessen. Die Bestimmung der Korngrößenverteilung erfolgte nach Vorbehandlung des Bodens mit H_2O_2 zur Entfernung der organischen Substanz (Anhang A4.1) durch die Siebmethode (Anhang A4.2).

3.2 Bodenuntersuchungen mit Hilfe von Radiotracerexperimenten

Die im folgenden beschriebenen Experimente werden je zweimal durchgeführt, um die Reproduzierbarkeit zu prüfen. Die Radiotracer ^{51}Cr und ^{109}Cd werden immer gleichzeitig zugesetzt, wobei die Aktivitäten der beiden Isotope in der Lösung so hoch sein müssen, daß der Meßfehler bei einer Meßzeit von 5 min vernachlässigbar, d. h. $< 1\%$, ist. ^{51}Cr wird als $^{51}\text{CrCl}_3$ in $0,01$ M HCl mit einem Gehalt von $74,4$ ng Cr^{3+}/ml und ^{109}Cd als $^{109}\text{CdCl}_2$ in $0,1$ M HCl mit einem Gehalt von 23 ng Cd^{2+}/ml zugesetzt. Alle Radiotracer wurden bei der Firma Amersham Buchler bezogen. Die Messung von ^{51}Cr erfolgt über die γ -Linie von 320 keV, die von ^{109}Cd über die γ -Linie des $^{109\text{m}}\text{Ag}$ von 88 keV in einem $\text{NaJ}(\text{Tl})$ -Bohrlochdetektor der Firma Canberra. Hierbei wird die Aktivität des Tracers in der Lösung relativ zur anfangs zugesetzten Aktivität gemessen.

3.2.1 Adsorptionsverhalten der Böden bezüglich der Radiotracer

3.2.1.1 Zeitabhängigkeit der Adsorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd

10 g luftgetrockneter, gesiebter Boden wird in 100 ml Weithalsfläschchen mit 50 ml bidestilliertem Wasser und den Radiotracern versetzt. Anschließend werden die Proben 1-10000 min auf einem Horizontalschüttler SM 25 der Firma Bühler bei einer Frequenz von 240 min^{-1} geschüttelt und ca. 15 min lang bei 3000 U/min zentrifugiert. Etwa 20 ml der überstehenden Lösung werden über eine Einmalspritze mit aufsteckbarem Einmalfilterhalter $45 \mu\text{m}$ (FP 030/20 Fa. Schleicher & Schüll) in ein Szintillationsfläschchen gefüllt und anschließend im Bohrlochdetektor gemessen. Der in Lösung verbliebene Anteil des Radiotracers $A_{\text{ads,L}}$ wird nach Gleichung (1) berechnet.

3.2.1.2 Adsorption von ^{109}Cd in Abhängigkeit von der Konzentration an stabilem Cd^{2+} in der Bodenlösung

10 g luftgetrockneter, gesiebter Boden werden mit 50 ml bidestilliertem Wasser, dem Radiotracer und einer variablen Menge von 3-1000 $\mu\text{g Cd}^{2+}$ in Form von $\text{Cd}(\text{OAc})_2$ versetzt, 20 min bei 240 min^{-1} geschüttelt, zentrifugiert, abfiltriert und gemessen wie in Kapitel 3.2.1.1 beschrieben. Der in Lösung verbliebene Aktivitätsanteil wird nach Gleichung (1) berechnet.

3.2.2 Abhängigkeit der Desorption des Radiotracers von verschiedenen Parametern

3.2.2.1 Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd mit Wasser als Funktion der Zeit

10 g luftgetrockneter, gesiebter Boden wird mit 50 ml bidestilliertem Wasser und den Radiotracern versetzt, 20 min wie oben beschrieben geschüttelt, zentrifugiert, abfiltriert und gemessen. Die nach dem Filtrieren zurückbleibende überstehende Lösung wird abdekantiert und verworfen. Danach setzt man erneut 50 ml bidestilliertes Wasser zu, schüttelt erneut, und variiert die Schüttelzeit zwischen 1-10000 min. Anschließend wird wiederum zentrifugiert, abfiltriert und gemessen. Dabei errechnet sich die desorbierte Menge des Radiotracers nach Gleichung (8), bzw. (9).

3.2.2.2 Extrahierbarkeit der Radiotracer mit verschiedenen Salzlösungen

Die Radiotracer werden wie in Kapitel 3.2.1.1 beschrieben in den Boden eingebracht. Nach dem Abdekantieren des restlichen Wassers wird der Boden mit 50 ml 1 M NH_4NO_3 , 1 M MgCl_2 und 1 M NaOAc versetzt, 20 min geschüttelt, zentrifugiert, abfiltriert und gemessen. Die desorbierten Aktivitätsanteile werden wie in Kap. 3.2.2.1. beschrieben berechnet.

3.2.2.3 Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd mit DTPA in Abhängigkeit von der Konzentration der DTPA-Lösung

Die Böden werden wie in Kapitel 3.2.2.2 behandelt, jedoch werden anstatt der Salzlösungen DTPA-Lösungen unterschiedlicher Konzentrationen, 0,003-0,2 M, verwendet. DTPA wird benutzt weil diese Verbindung bei bodenkundlichen Untersuchungen sehr häufig eingesetzt wurde.

3.3 Bestimmung des chemisch austauschfähigen Schwermetallanteils

Der chemisch verfügbare Schwermetallanteil wird durch Auslaugung der Böden mit DTPA und anschließender Messung der Schwermetallgehalte mittels AAS nach dem in Kap. 2 beschriebenen Verfahren berechnet.

3.3.1 Auslaugung des Bodens mit DTPA

10 g Boden wird mit 50 ml bidestilliertem Wasser und dem Radiotracer versetzt, 20 min geschüttelt, zentrifugiert, filtriert, abdekantiert und die Lösung gemessen. Anschließend wird der Boden mit 50 ml DTPA-Lösung versetzt und nochmals 20 min geschüttelt, zentrifugiert und die Lösung gemessen. Danach wird die Probe bis zur Gewichtskonstanz gefriergetrocknet. Während dieser Auslaugung werden die Gewichte der Probe nach dem Schütteln mit Wasser, nach dem Schütteln mit DTPA sowie das Gewicht der gefriergetrockneten Probe notiert. Die Berechnung der desorbierten Aktivitätsanteile $A_{\text{ads,L}}$ wird wie in Kap. 3.2.2.1 beschrieben vorgenommen.

Die Auslaugung der Böden wird viermal parallel mit 0,2 M DTPA zur Bestimmung von Cr^{3+} und mit 0,003 M DTPA zur Bestimmung von Cd^{2+} durchgeführt.

3.3.2 Messung der Schwermetallanteile mittels AAS

Die Schwermetallgehalte der Böden vor und nach der Auslaugung sowie die Schwermetallkonzentration in der DTPA-Lösung werden durch Messung im AAS bestimmt.

3.3.2.1 Aufschluß der Bodenproben

0,2 g Boden werden in den 50 ml PTFE-Einsatz des Druckaufschlußgerätes der Firma Berghof eingewogen, mit 3 ml HNO₃ 65%, suprapur, versetzt und in den Druckbehälter eingesetzt. Dieser wird in einem Heizblock 4 h lang auf 170°C erhitzt. Nach dem Abkühlen wird die Probe mit bidestilliertem Wasser auf 20 ml aufgefüllt und zum Aufbewahren in ein Kunststoffläschchen, mit 11% HNO₃ gereinigt, überführt.

3.3.2.2 Durchführung der Messung

Die Messung von Cd wird mit dem AAS 5000 Z der Firma Perkin & Elmer bei einer Wellenlänge von 228,8 nm vorgenommen. Hierbei wird die Probe stufenweise bei 90°C und 130°C getrocknet, bei 750°C verascht und bei 1600°C atomisiert. Die Ausheizung des Graphitrohrs erfolgt bei 2650°C.

Die Cr-Messungen werden mit dem AAS 4100 ZL der Firma Perkin & Elmer bei einer Wellenlänge von 357,9 nm durchgeführt, wobei die Trocknungstemperatur 110°C bzw. 130°C beträgt, die Veraschungstemperatur bei 1400°C und die Atomisierungstemperatur bei 2200°C liegt. Das Graphitrohr wird anschließend bei 2400°C ausgeheizt.

4 Ergebnisse

4.1 Bodenuntersuchungen nach klassischen bodenkundlichen Methoden

Die pH-Werte, Humusgehalte und Kationenaustauschkapazitäten der Böden sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tab. 1: Wichtige chemische Eigenschaften des Bodens

	pH-Wert	Humusgehalt [%]	Kationenaustauschkapazität [mval/100 g]
Moorboden	6,80	18,4	65,0
Auenboden	6,12	8,1	38,6
Muschelkalkverwitterung	7,45	2,4	15,4
Dautmergel	5,24	8,2	8,7
Schotterboden	7,20	4,4	23,3
Buntsandsteinverwitterung	4,90	1,4	9,0
Granitverwitterung	6,21	2,5	13,5

Die pH-Werte der verschiedenen Böden reichen von stark sauer (Buntsandsteinverwitterung) über mäßig (Dautmergel) und schwach sauer (Auenboden, Granitverwitterung, Moorboden) bis schwach alkalisch (Schotterboden, Muschelkalkverwitterung). Aufgrund ihres Humusgehaltes lassen sich die Böden in die Kategorien humushaltig (Buntsandsteinverwitterung), humos (Muschelkalk- und Granitverwitterung), stark humos (Schotterboden, Auenboden und Dautmergel) und sehr stark humos (Moorboden) einordnen. Desweiteren ist aus Tabelle 1 ersichtlich, daß nicht nur pH-Wert und Humusgehalt der untersuchten Böden stark variieren, sondern auch die Kationenaustauschkapazitäten Werte zwischen 9 und 65 mval/100 g aufweisen. Die Korngrößenverteilung der verschiedenen Böden ist in Tabelle 2 dargestellt.

Tab. 2: Anteil der einzelnen Fraktionen [%]

		Auenboden	Dautmergel	Buntsandsteinverwitterung	Moorboden	Schotterboden	Granitverwitterung	Muschelkalkverwitterung
Sand	0,25- 2 mm	33,1	24,5	54,8	81,9	31,7	34,2	24,1
Schluff + Ton	<0,25	66,9	75,5	45,2	28,1	68,3	65,8	75,9

4.2 Bodenuntersuchungen mit Hilfe von Radiotracerexperimenten

4.2.1 Adsorptionsverhalten der Böden bezüglich der Radiotracer

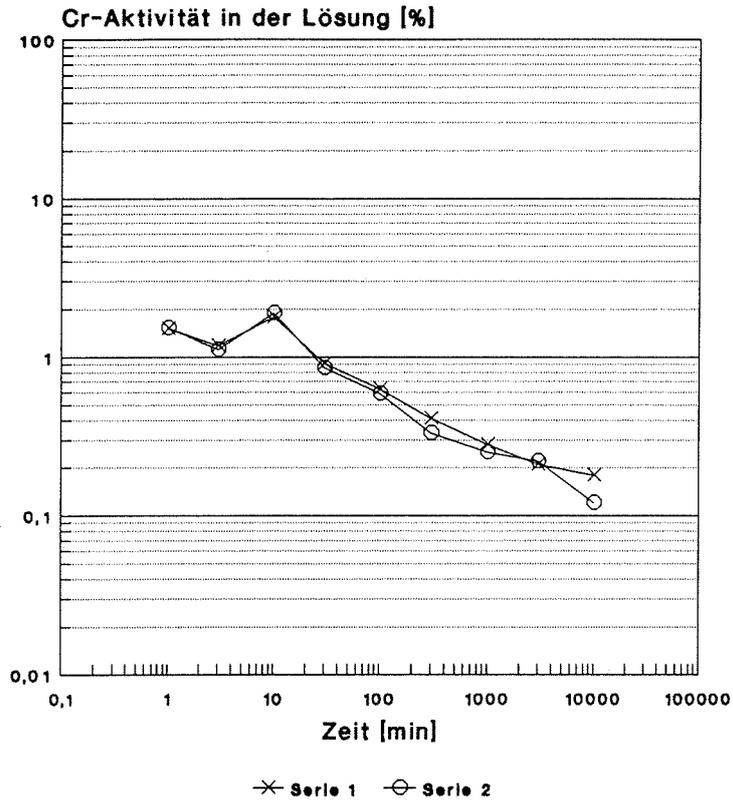
4.2.1.1 Zeitabhängigkeit der Adsorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd

Die Zeitabhängigkeit der ^{51}Cr - und ^{109}Cd -Aktivitätsanteile in der Lösung kann aus den Abbildungen 1-7 entnommen werden. Die ^{51}Cr -Aktivität in der Lösung ist unabhängig von der Schüttelzeit in den meisten Fällen $< 2\%$, lediglich die Muschelkalkverwitterung zeigt deutlich höhere ^{51}Cr -Konzentrationen in der Lösung mit ca. 10% als die restlichen Böden. Beim Moorboden ist eine Abnahme der ^{51}Cr -Aktivität von 1 min bis 10000 min um Faktor 10, bei der Buntsandsteinverwitterung um Faktor 4 zu beobachten. Der Auenboden weist eine geringere Abnahme von 0,4% auf 0,2% auf. Bei Muschelkalkverwitterung und Schotterboden sind nach anfänglicher Abnahme der Aktivität in der Lösung bei relativ niedrigen Schüttelzeiten Anstiege bei Zeiten zwischen 100 und 1000 min bis zum Anfangswert zu verzeichnen. Die ^{51}Cr -Aktivität in der Lösung fällt im Falle des Dautmergels anfangs leicht ab, steigt dann wieder an und fällt ab 100 min erneut schwach ab. Die Grantverwitterung zeigt eine zeitlich zunehmende Adsorption um Faktor 3 bis 3000 min; sie nimmt jedoch bei längerer Schüttelzeit wieder ab.

Im Falle des ^{109}Cd liegen die Aktivitäten der Bodenlösungen meistens höher als beim Cr, 1-5%, wobei bei der Buntsandsteinverwitterung die höchste Aktivität in der Lösung mit anfangs 20% zu verzeichnen ist. Alle Böden außer der Granitverwitterung zeigen eine Abnahme des Anteils des Radiotracers mit zunehmender Schüttelzeit. Die stärksten Abnahmen sind beim Moorboden, Faktor 20 sowie bei Muschelkalkverwitterung und Schotterboden, Faktor 10 zu beobachten. Die Buntsandsteinverwitterung hingegen zeigt nur eine Abnahme um Faktor 4. Der zeitliche Verlauf des Adsorptionsverhaltens von Dautmergel und Auenboden erscheint sehr ähnlich: Die Aktivität der Bodenlösung nimmt bis zu einer Schüttelzeit von 300 min kontinuierlich ab, bleibt jedoch anschließend bis 10000 min konstant.

Die Reproduzierbarkeit der Messungen ist auch bei komplizierten Zeitabhängigkeiten sehr gut. Für die folgenden Experimente sollte der Zeitaufwand nicht zu hoch werden. Da sich die adsorbierten Aktivitäten zwischen 20 und 100 min Kontaktzeit kaum veränderten, wurden bei allen zukünftigen Experimenten für die Adsorption des Radiotracers eine Kontaktzeit von 20 min eingehalten.

Abb. 1 **Zeitabhängigkeit der Adsorption**
 von Cr-51
 -Moorboden-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
 von Cd-109
 -Moorboden-

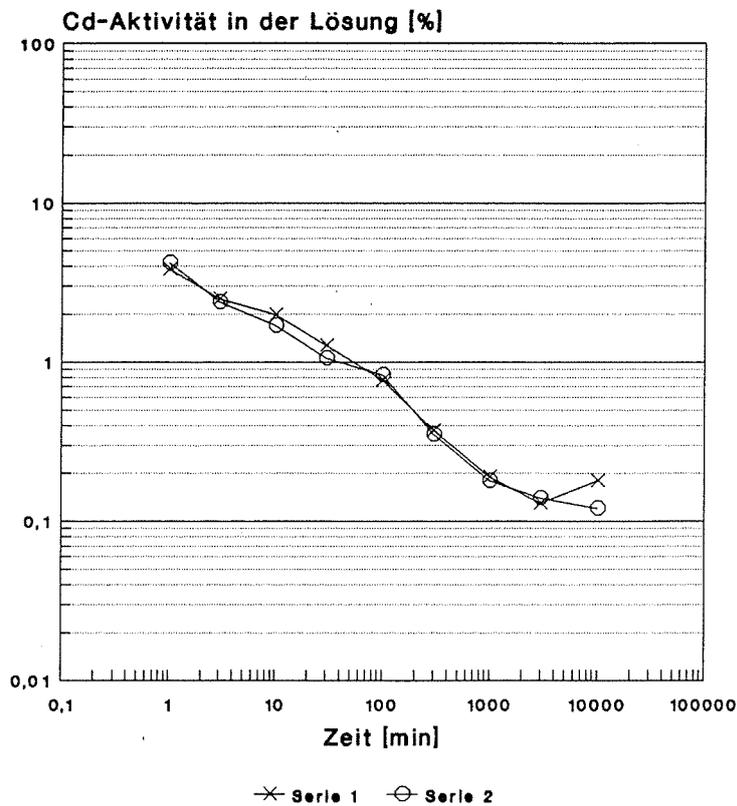
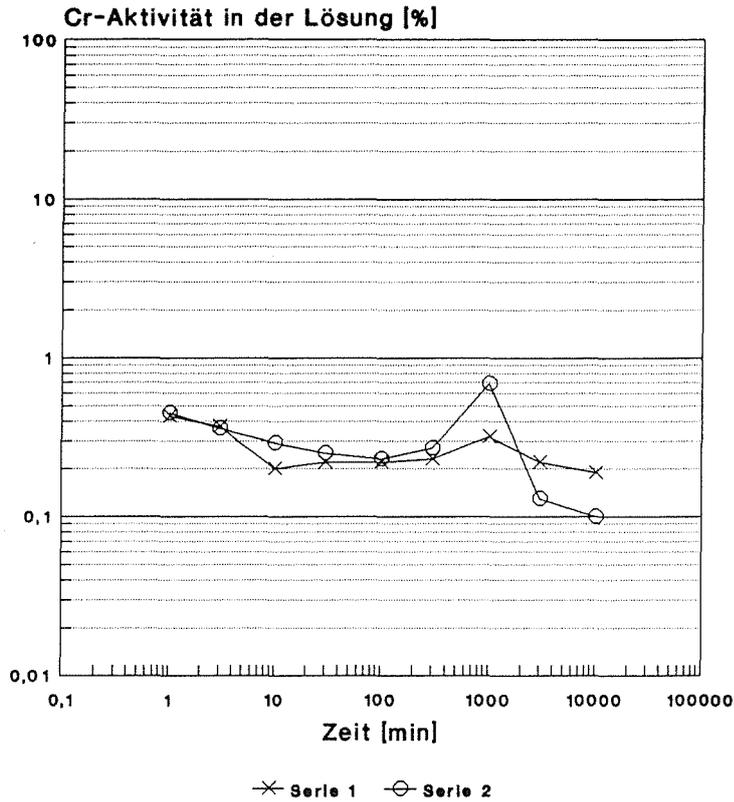


Abb. 2 Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cr-51
-Auenboden-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cd-109
-Auenboden-

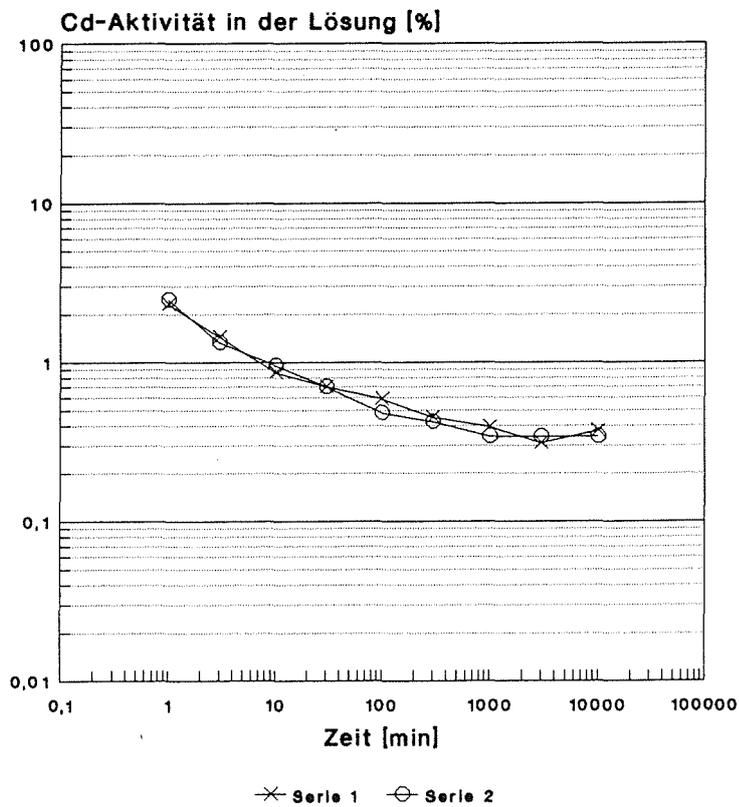
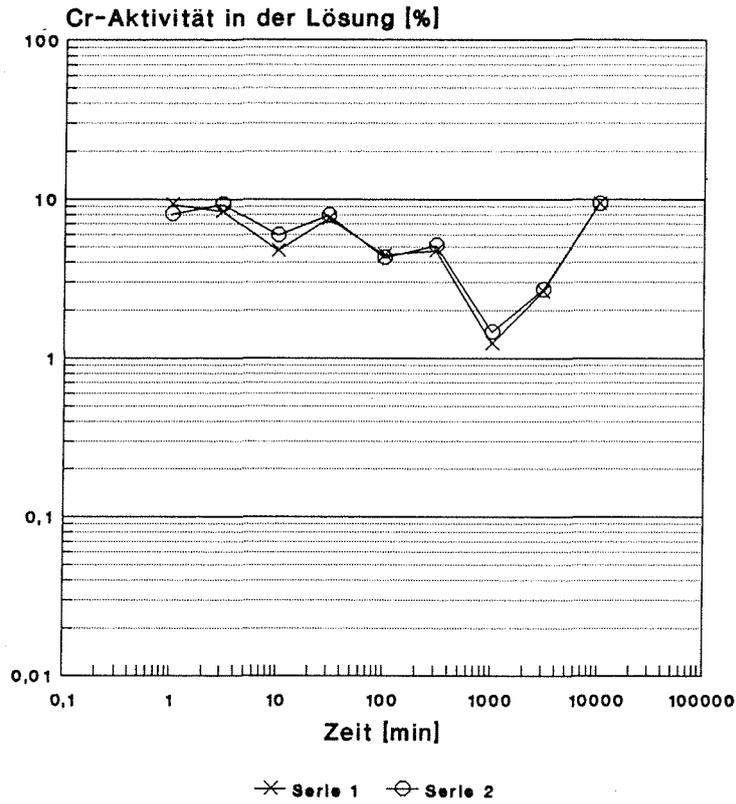


Abb. 3 Zeitabhängigkeit der Adsorption
 von Cr-51
 -Muschelkalkverwitterung-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
 von Cd-109
 -Muschelkalkverwitterung-

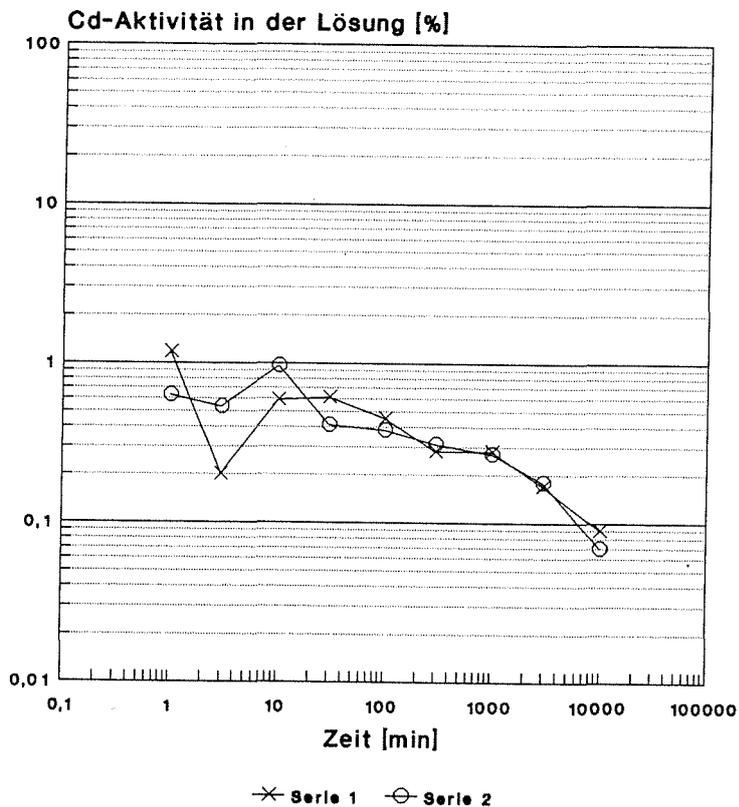
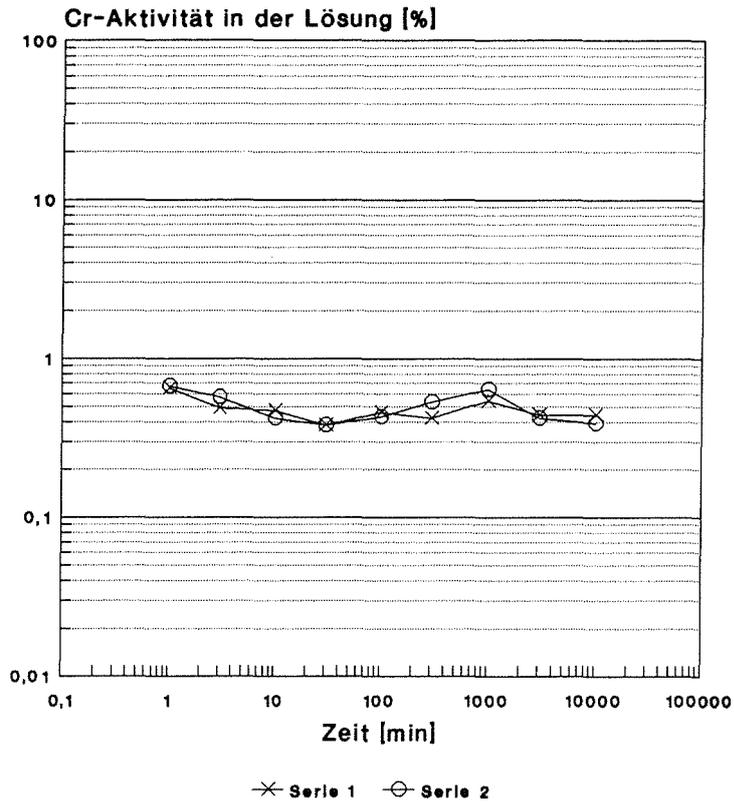


Abb. 4 Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cr-51
-Dautmergel-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cd-109
-Dautmergel-

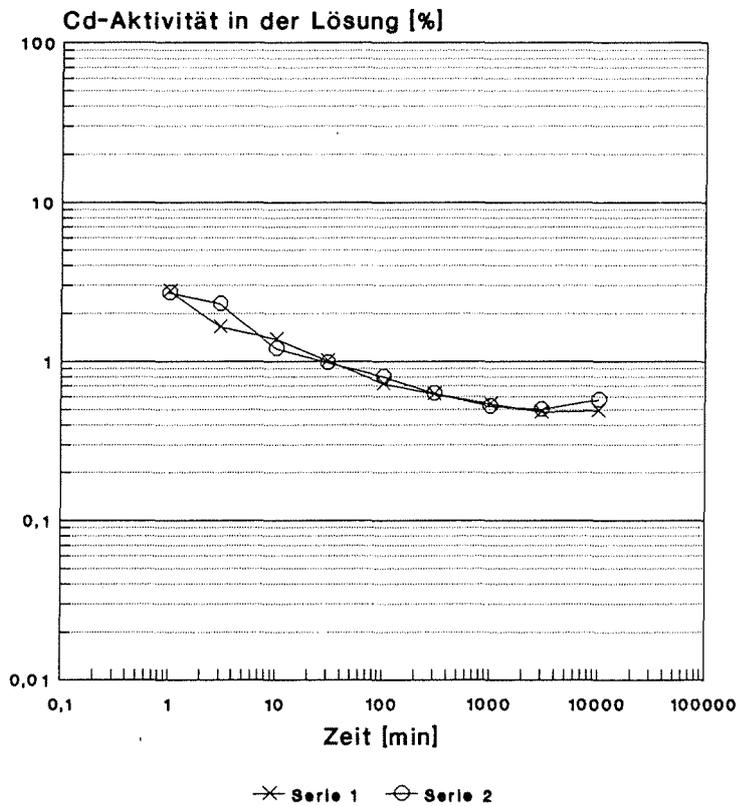
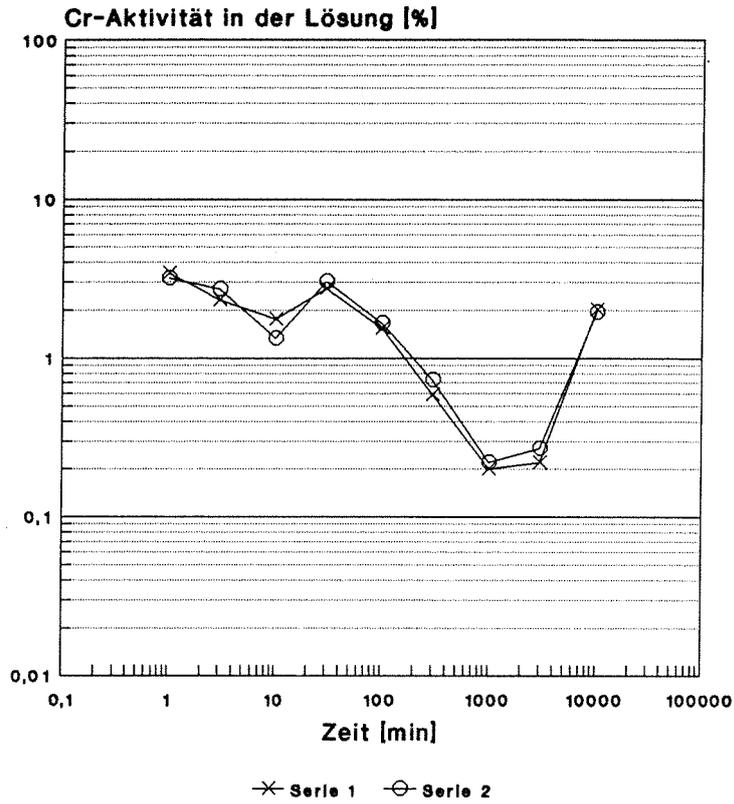


Abb. 5 Zeitabhängigkeit der Adsorption
 von Cr-51
 -Schotterboden-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cd-109
-Schotterboden-

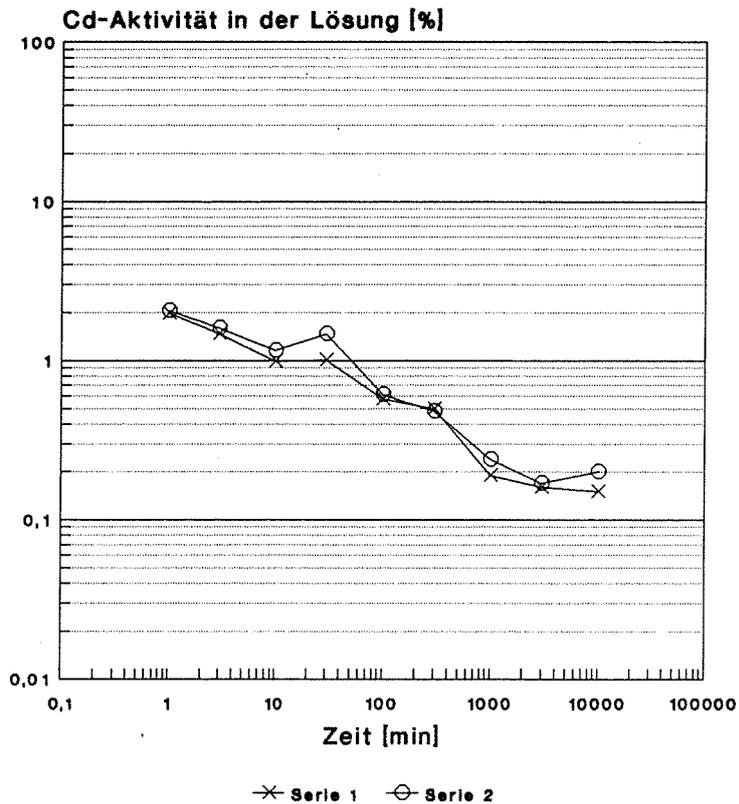
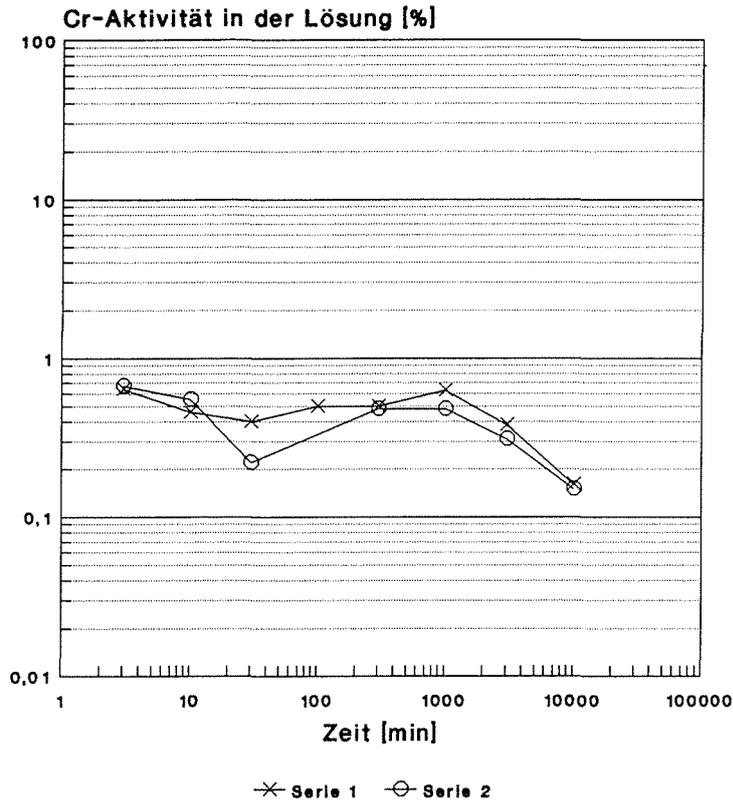


Abb. 6 Zeitabhängigkeit der Adsorption
 von Cr-51
 -Buntsandsteinverwitterung-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cd-109
-Buntsandsteinverwitterung-

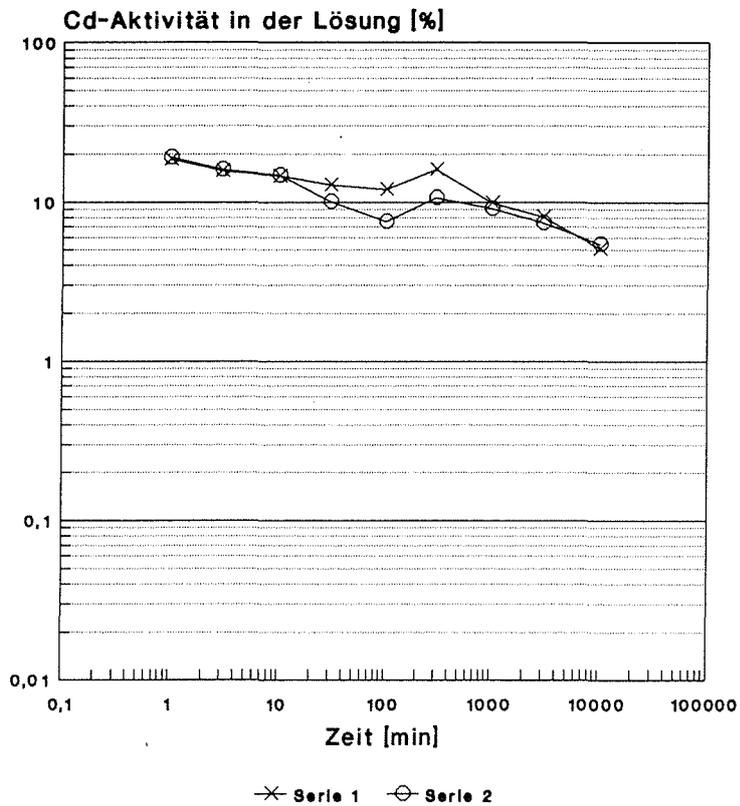
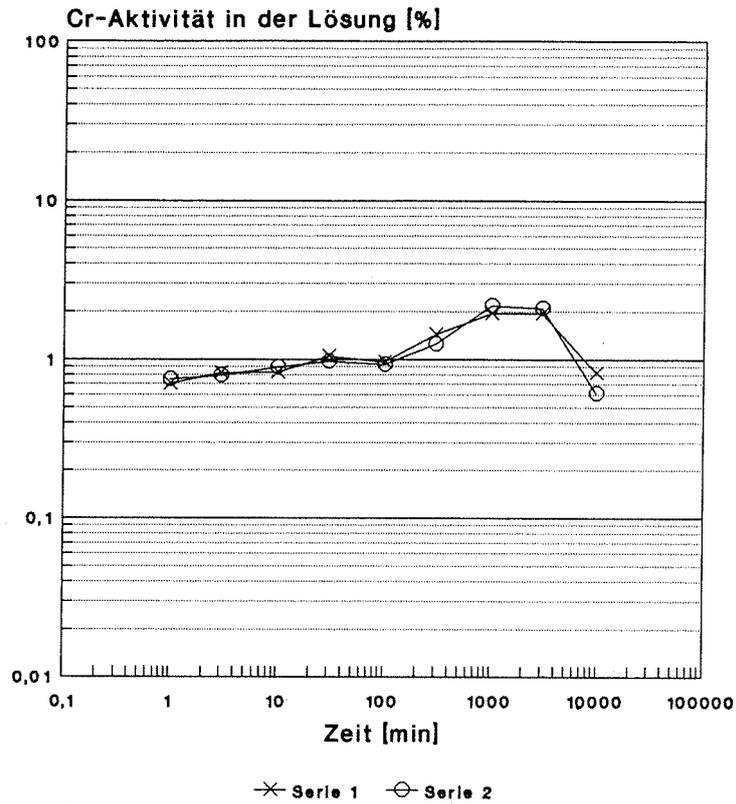
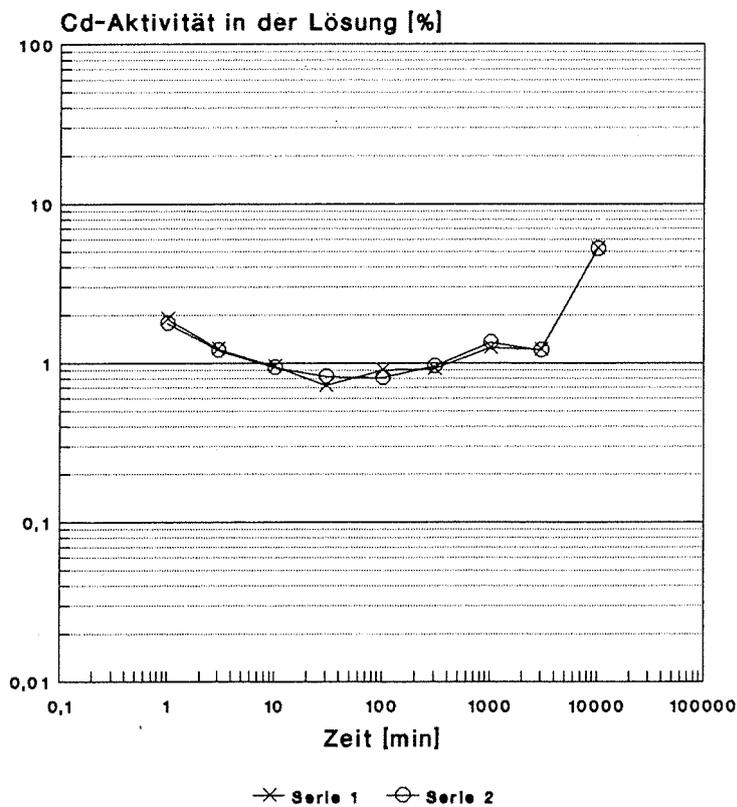


Abb. 7 Zeitabhängigkeit der Adsorption
 von Cr-51
 -Granitverwitterung-



Zeitabhängigkeit der Adsorption
von Cd-109
-Granitverwitterung-



4.2.1.2 Adsorption von ^{109}Cd in Abhängigkeit von der Konzentration an stabilem Cd^{2+} in der Bodenlösung

Die graphische Darstellung der Versuchsergebnisse ist aus den Abb. 8-14 zu entnehmen. Bei Schotterboden und Muschelkalkverwitterung ist mit zunehmender Cd^{2+} -Menge eine geringfügige Abnahme der ^{109}Cd -Aktivität in der Lösung zu beobachten. Der Moorboden zeigt nach einem Anstieg bei Steigerung der Cd^{2+} -Menge von 3 auf 10 μg ebenfalls eine leichte Abnahme des in Lösung verbleibenden Radiotracers. Nach leichter Konzentrationsabnahme von ^{109}Cd im Bodenwasser (bis 30 $\mu\text{g Cd}^{2+}$) steigt die Aktivität bei der Granitverwitterung zu höheren Cd^{2+} -Mengen hin wieder an. Ein kontinuierlicher Anstieg von ^{109}Cd in der Lösung ist bei den verbleibenden drei Böden zu beobachten. Während die Aktivität beim Dautmergel und Schotterboden mit steigender Cd^{2+} -Konzentration nur wenig zunimmt, ist bei der Buntsandsteinverwitterung ein Anstieg von 7 auf 26% zu verzeichnen.

Abb. 8 **Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109**
von der Menge an stabilem Cd(II)
-Moorboden-

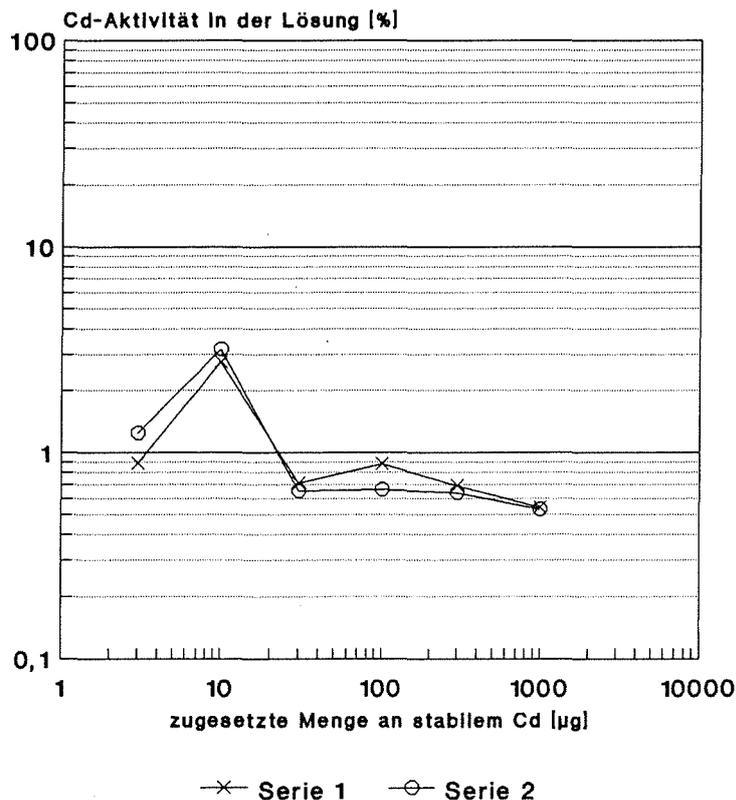


Abb. 9 Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109
 von der Menge an stabilem Cd(II)
 -Auenboden-

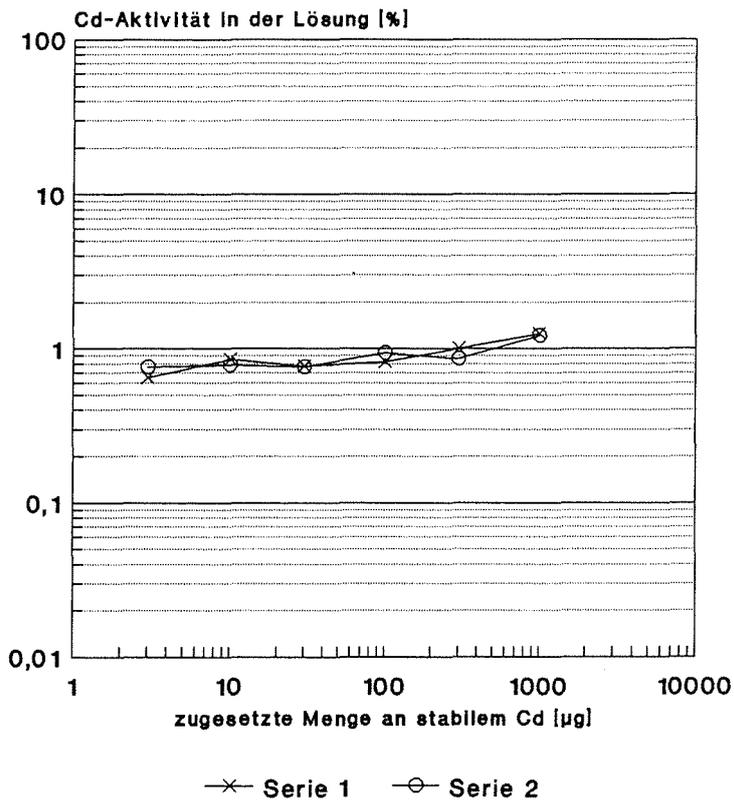


Abb. 10 Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109
 von der Menge an stabilem Cd(II)
 -Muschelkalkverwitterung-

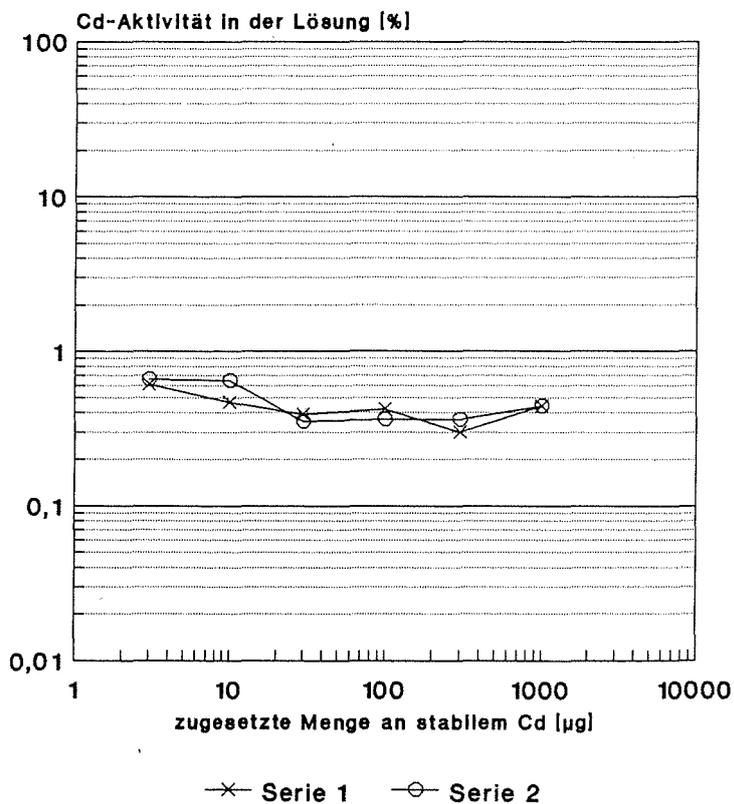


Abb. 11 Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109 von der Menge an stabilem Cd(II)
-Dautmergel-

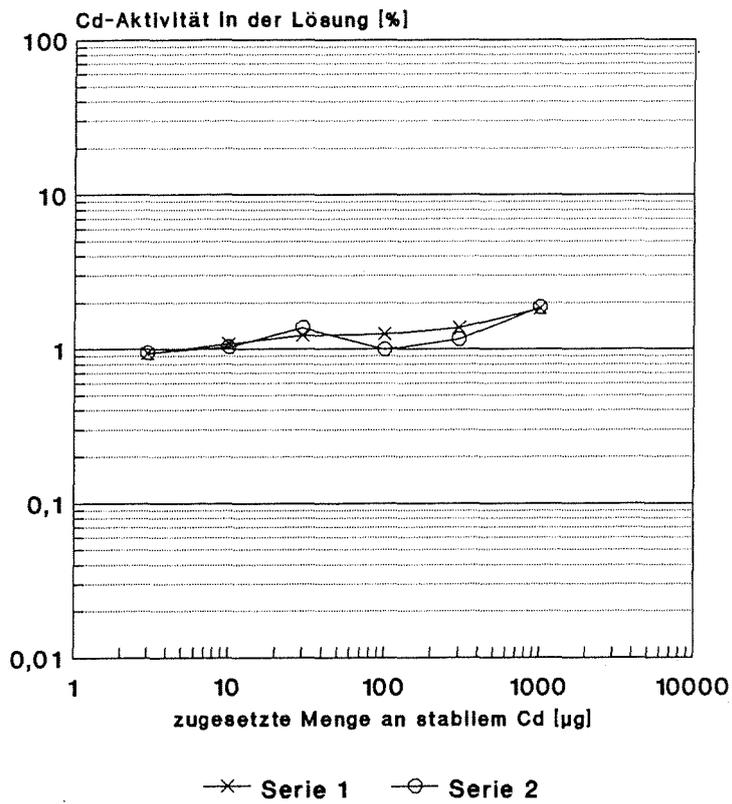


Abb. 12 Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109 von der Menge an stabilem Cd(II)
-Schotterboden-

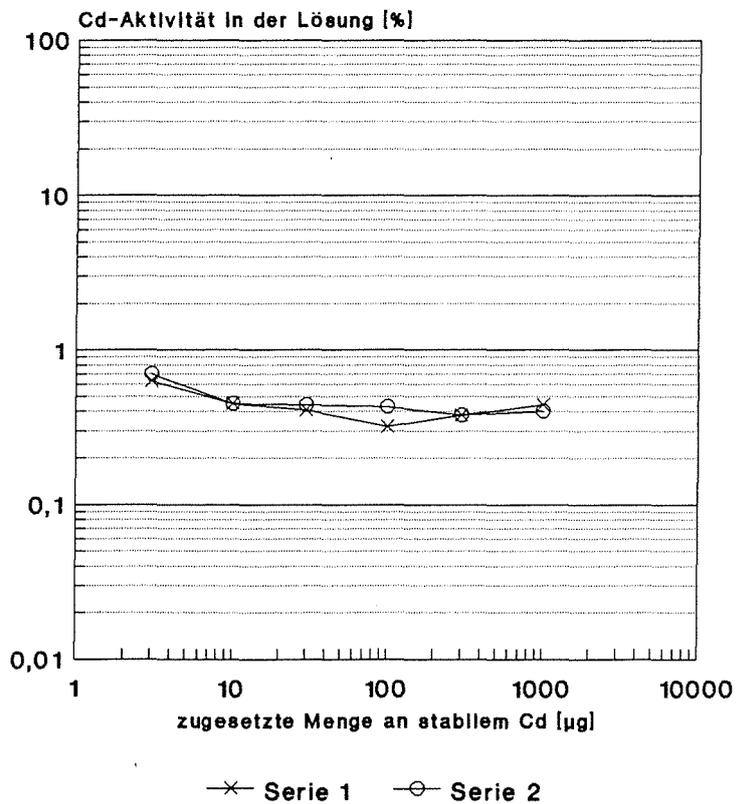


Abb. 13 Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109 von der Menge an stabilem Cd(II)
-Buntsandsteinverwitterung-

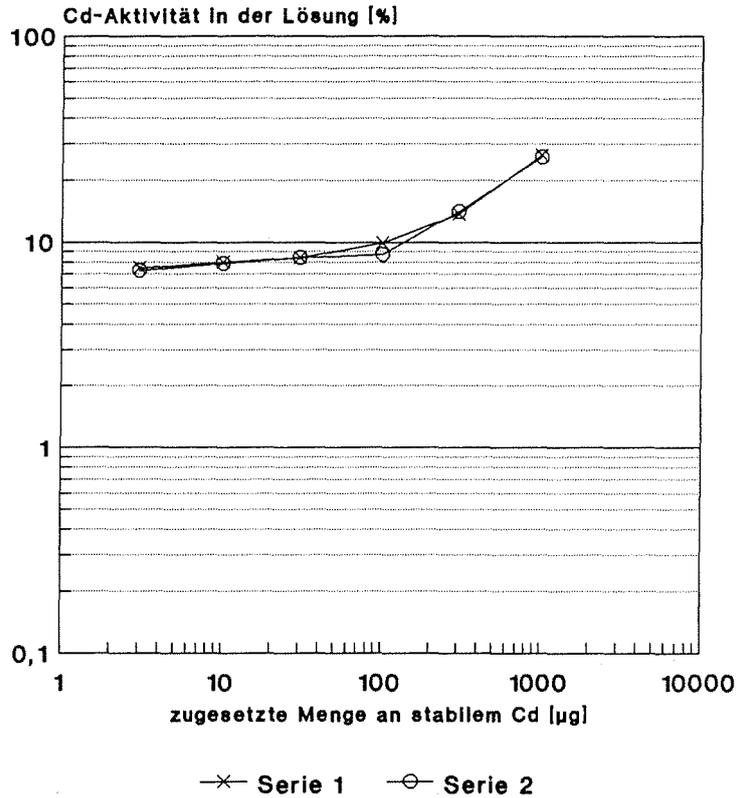
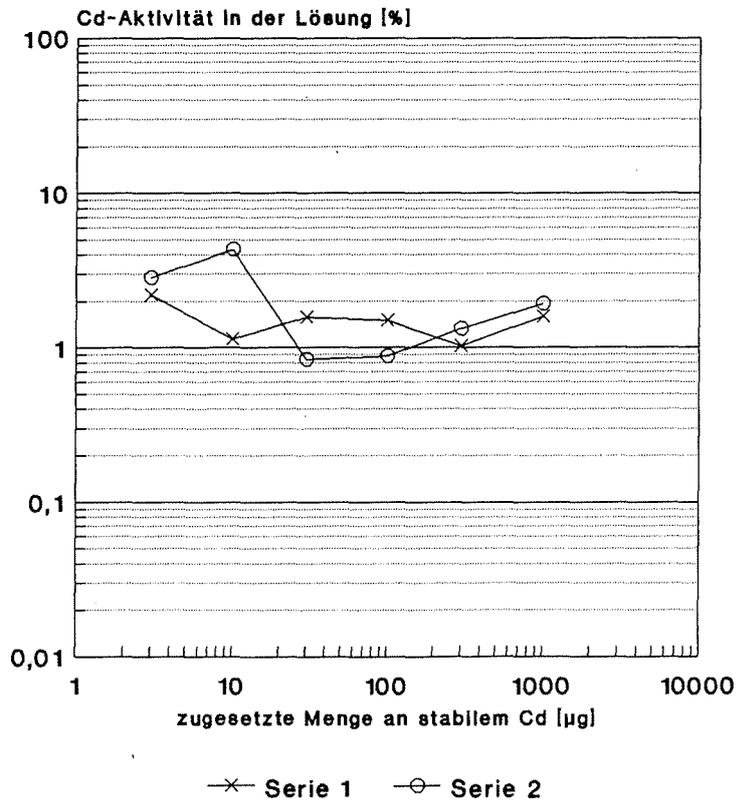


Abb. 14 Abhängigkeit der Adsorption von Cd-109 von der Menge an stabilem Cd(II)
-Granitverwitterung-



4.2.2 Abhängigkeit der Desorption des Radiotracers von verschiedenen Parametern

4.2.2.1 Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd vom Boden mit Wasser als Funktion der Zeit

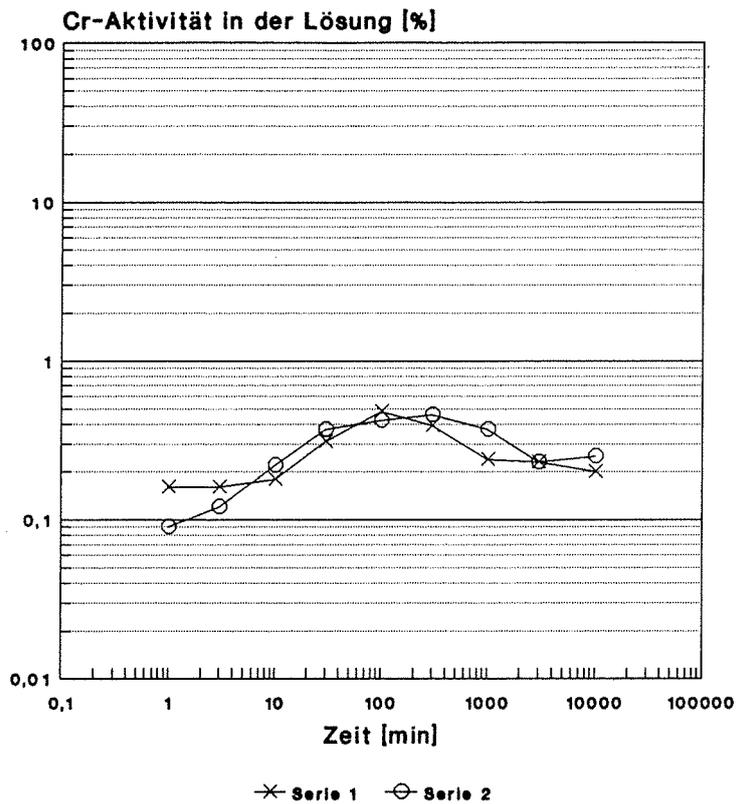
Die Abhängigkeit der Aktivitätskonzentration des desorbierten Radiotracers als Funktion der Zeit ist in den Abbildungen 15-21 dargestellt.

Die mit Wasser desorbierbare Tracermenge liegt im Falle von ^{51}Cr bei den meisten Böden zwischen 0,1 und 5%. Die Muschelkalkverwitterung stellt mit 11% bei 10000 min eine Ausnahme dar. Bei drei der sieben Böden (Buntsandsteinverwitterung, Moorboden und Auenboden) nimmt nach einem Anstieg des in Lösung gehenden Tracers die ^{51}Cr -Konzentration in der Bodenlösung bei langen Schüttelzeiten wieder ab, wobei diese Abnahme bei Auenboden und Buntsandsteinverwitterung stärker ausgeprägt ist als beim Moorboden. Der Dautmergel zeigt ebenfalls einen Anstieg der Aktivität in der Lösung bis 100 min. Bei Muschelkalkverwitterung und Schotterboden ist nach Anstieg und darauffolgenden Abfall ein erneuter, jedoch relativ steiler Anstieg von ^{51}Cr in der Bodenlösung auf das zehnfache der Anfangskonzentration bei hohen Schüttelzeiten zu beobachten. Die Granitverwitterung zeigt eine kontinuierliche Steigerung von desorbierbarem Radiotracer mit zunehmender Schüttelzeit der bei 10000 min auf das 25fache des Anfangswertes ansteigt.

Desorbiertes ^{109}Cd nimmt maximal Werte von 4% des anfangs vom Boden adsorbierten Radiotracers an. Die zeitliche Änderung der Cd- Aktivität ist in den meisten Böden äußerst gering. Auenboden und Buntsandsteinverwitterung zeigen zuerst einen leichten Anstieg der Aktivität in der Bodenlösung, die bei höheren Schüttelzeiten langsam wieder abnimmt. Diese Abnahme ist bei Muschelkalkverwitterung und Schotterboden etwas stärker ausgeprägt. Beim Dautmergel bleibt nach anfänglicher Zunahme des in Lösung befindlichen ^{109}Cd die Konzentration bei längeren Kontaktzeiten konstant. Der Moorboden hingegen weist eine konstante Cd-Aktivitätskonzentration in der Lösung bei kurzen Schüttelzeiten auf, die ab 1000 min abfällt. Der Aktivitätsverlauf der Granitverwitterung zeigt insgesamt einen flachen Anstieg mit einer Spitze bei 3 min Schüttelzeit.

Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ist schlechter als bei der Adsorption. Für spätere Experimente wurde eine Desorptionszeit von 20 min festgelegt.

Abb. 15 Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cr-51 mit Wasser
-Moorboden-



Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cd-109 mit Wasser
-Moorboden-

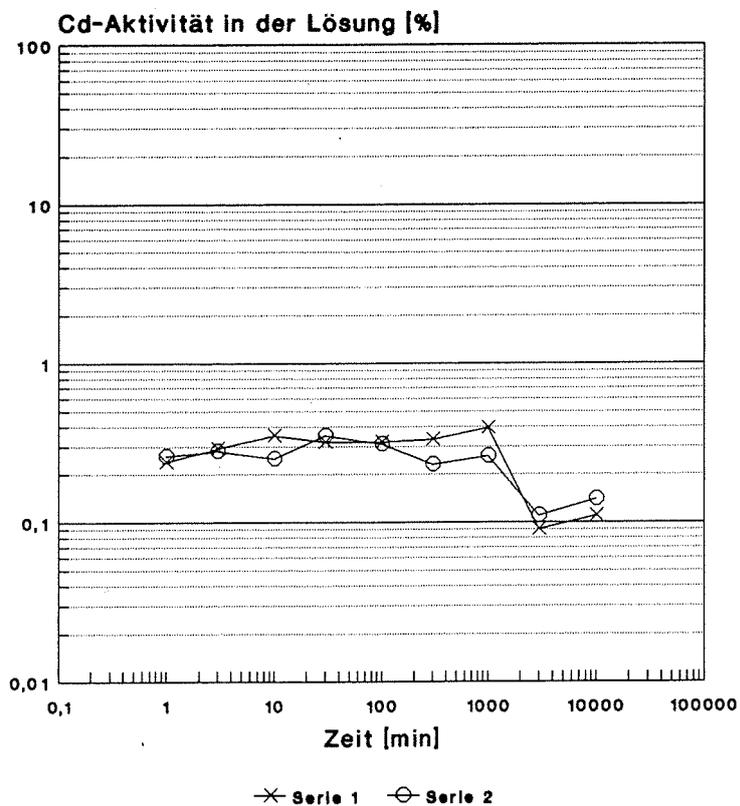
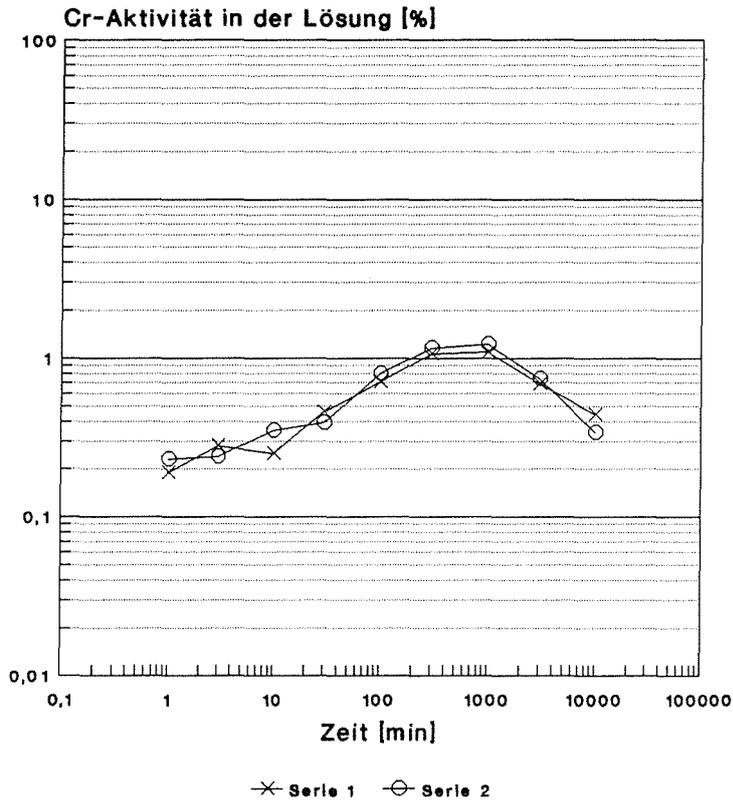


Abb. 16 Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cr-51 mit Wasser
-Auenboden-



Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cd-109 mit Wasser
-Auenboden-

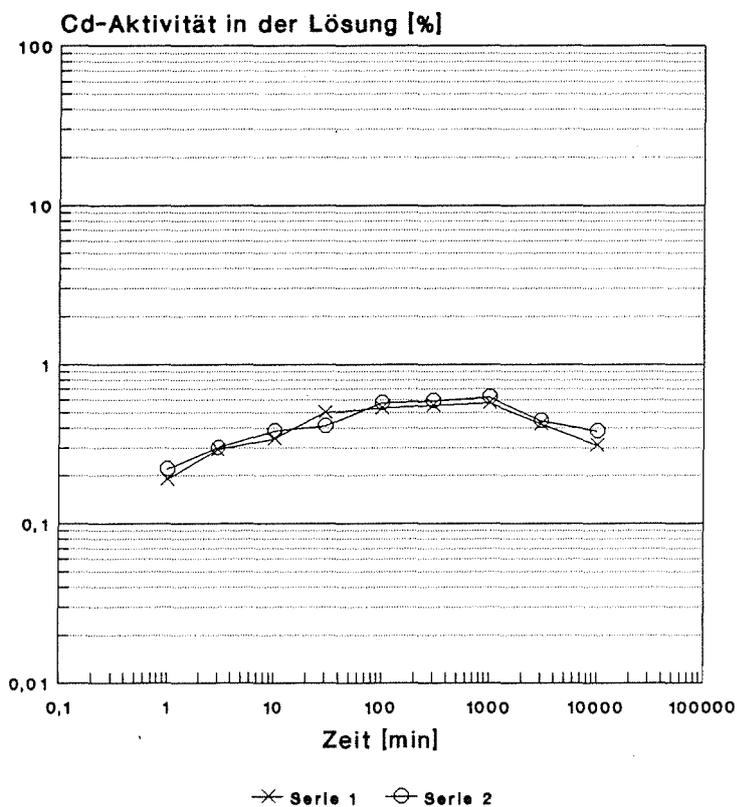
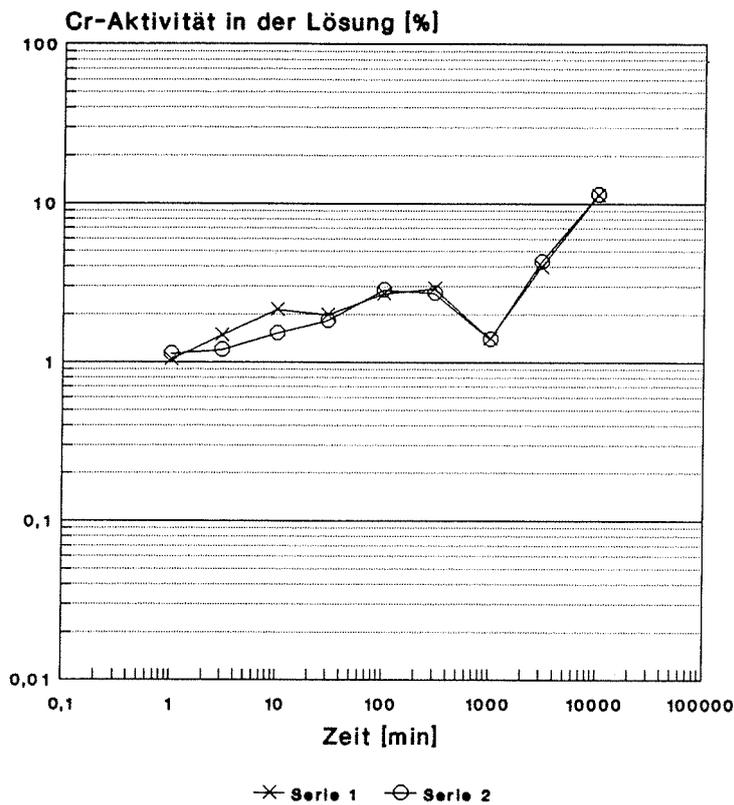


Abb. 17 Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cr-51 mit Wasser
-Muschelkalkverwitterung-



Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cd-109 mit Wasser
-Muschelkalkverwitterung-

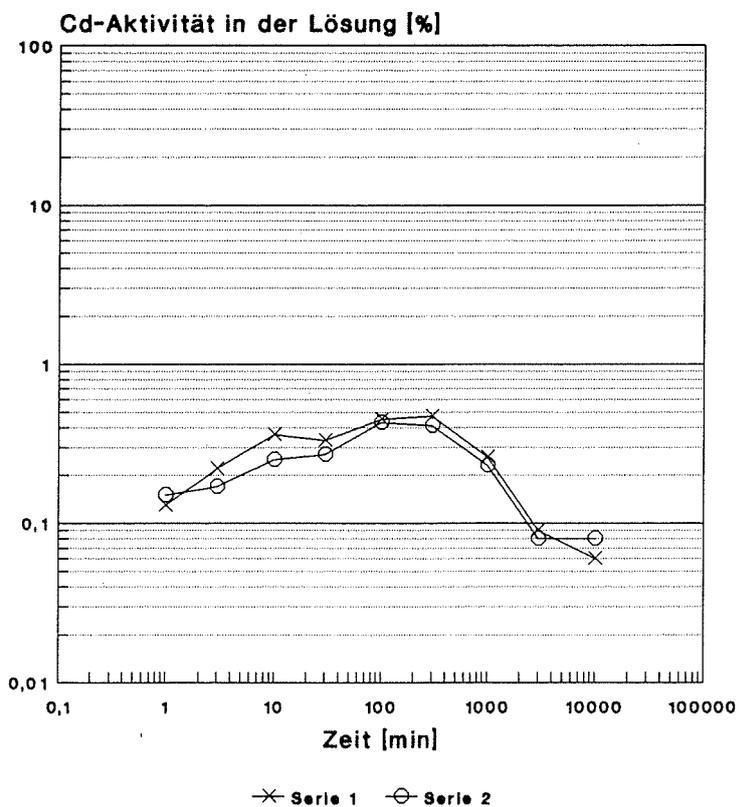
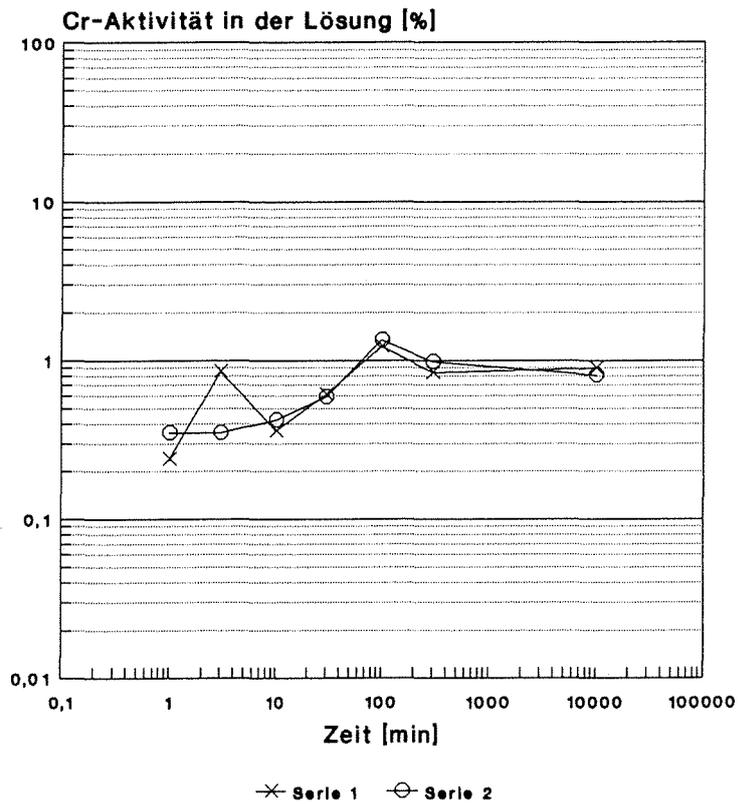


Abb. 18 Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cr-51 mit Wasser
-Dautmergel-



Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cd-109 mit Wasser
-Dautmergel-

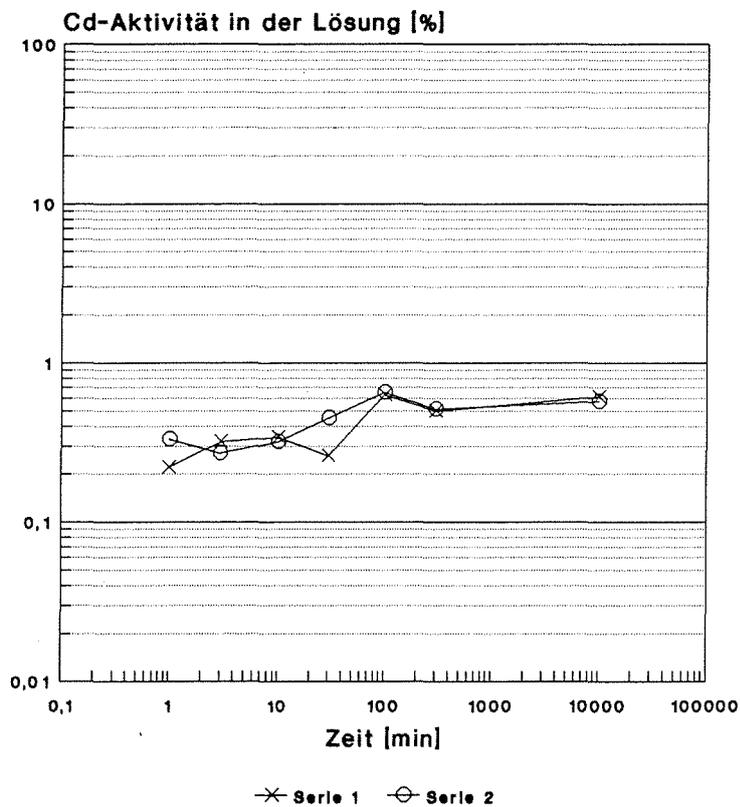
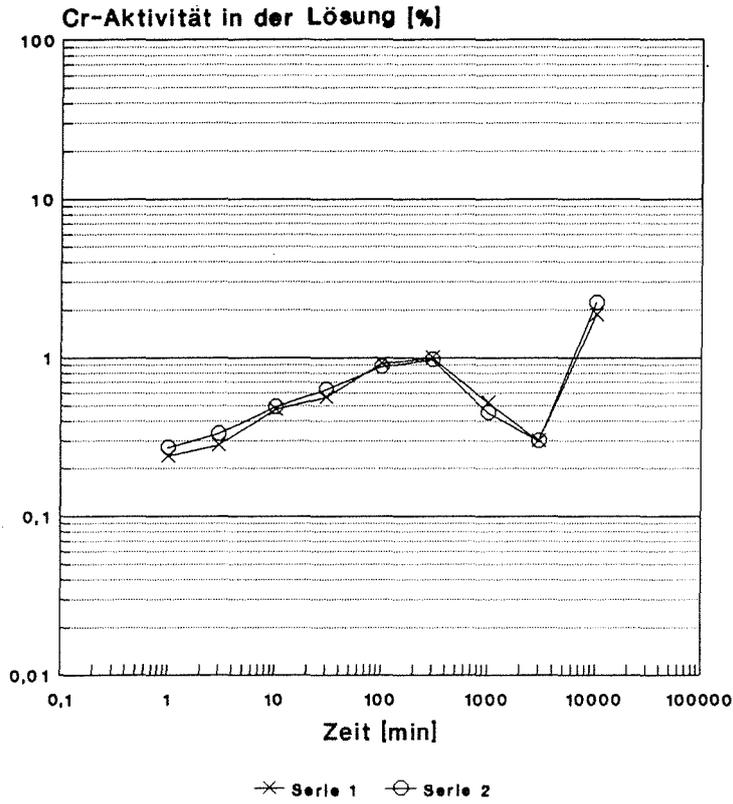


Abb. 19 Zeitabhängigkeit der Desorption von Cr-51 mit Wasser -Schotterboden-



Zeitabhängigkeit der Desorption von Cd-109 mit Wasser -Schotterboden-

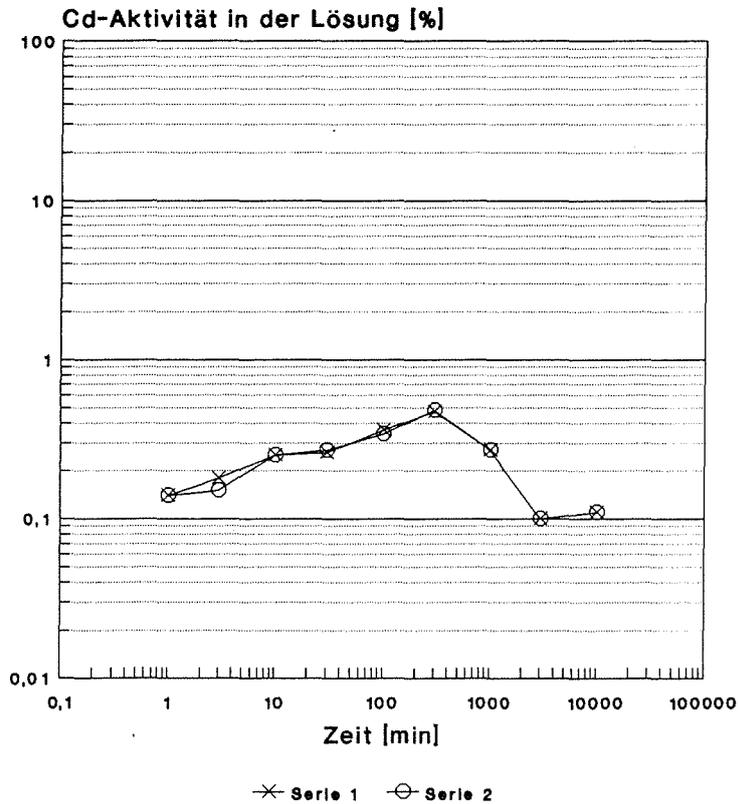
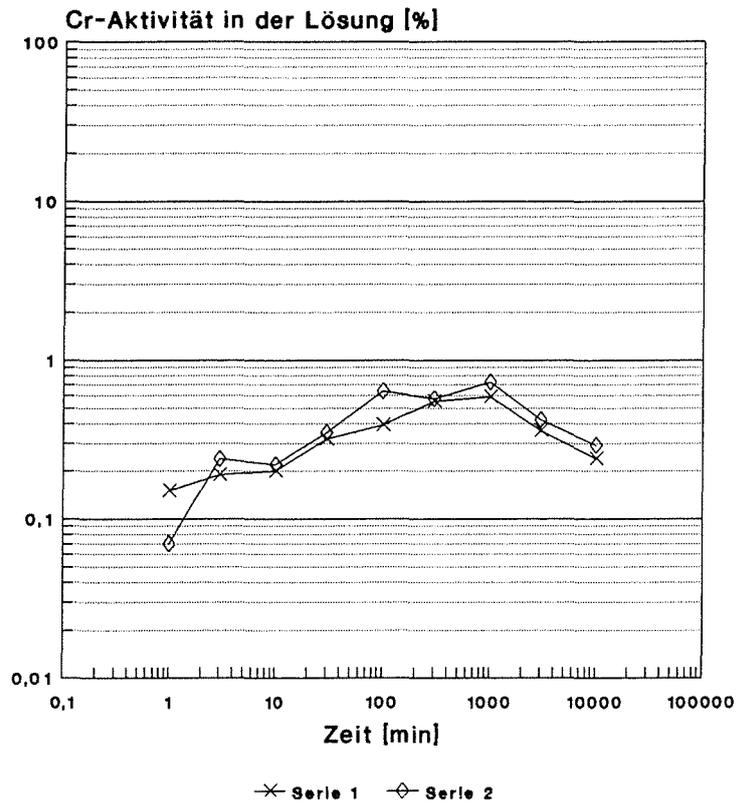


Abb. 20 Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cr-51 mit Wasser
-Buntsandsteinverwitterung-



Zeitabhängigkeit der Desorption
von Cd-109 mit Wasser
-Buntsandsteinverwitterung-

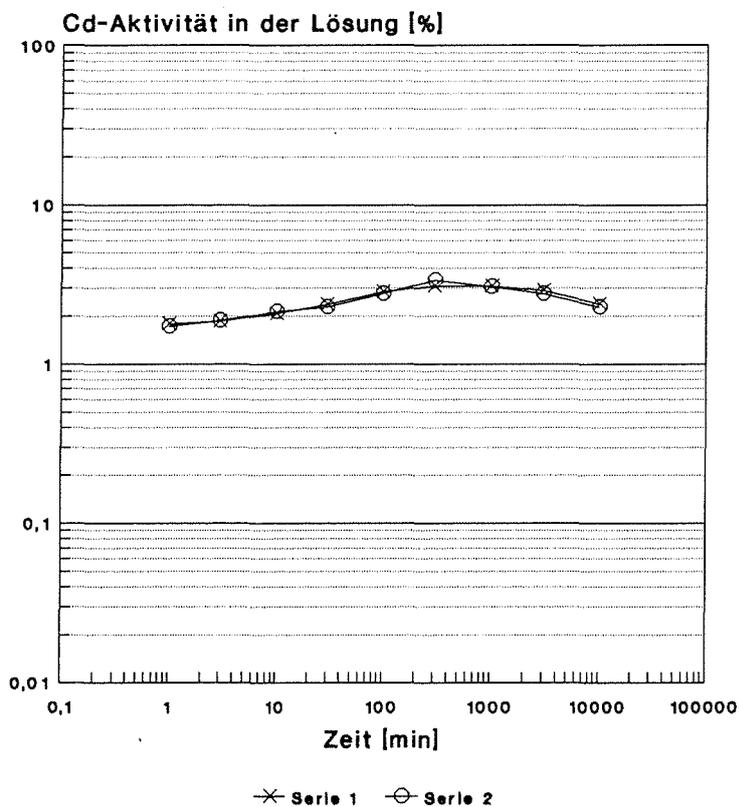
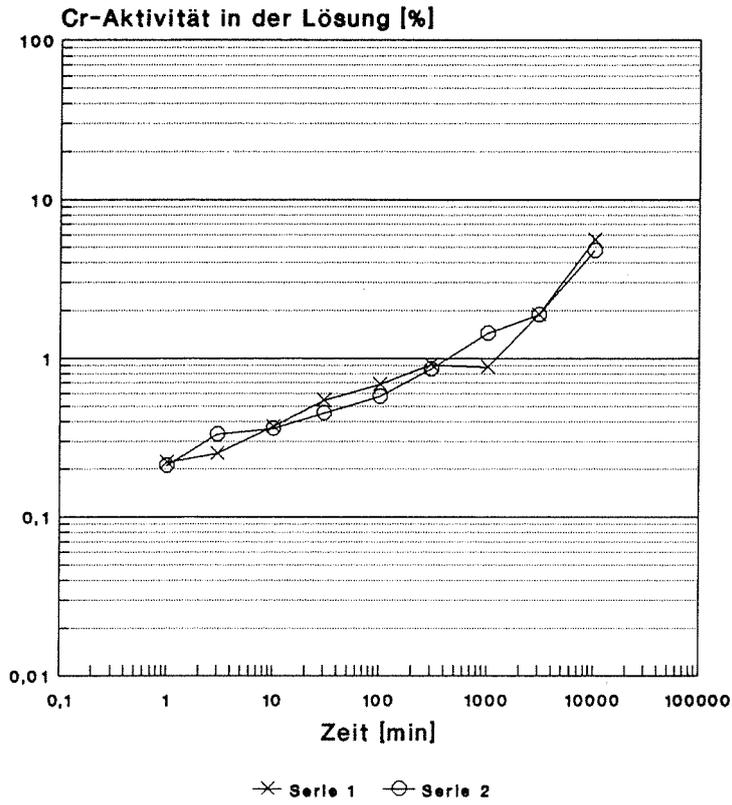
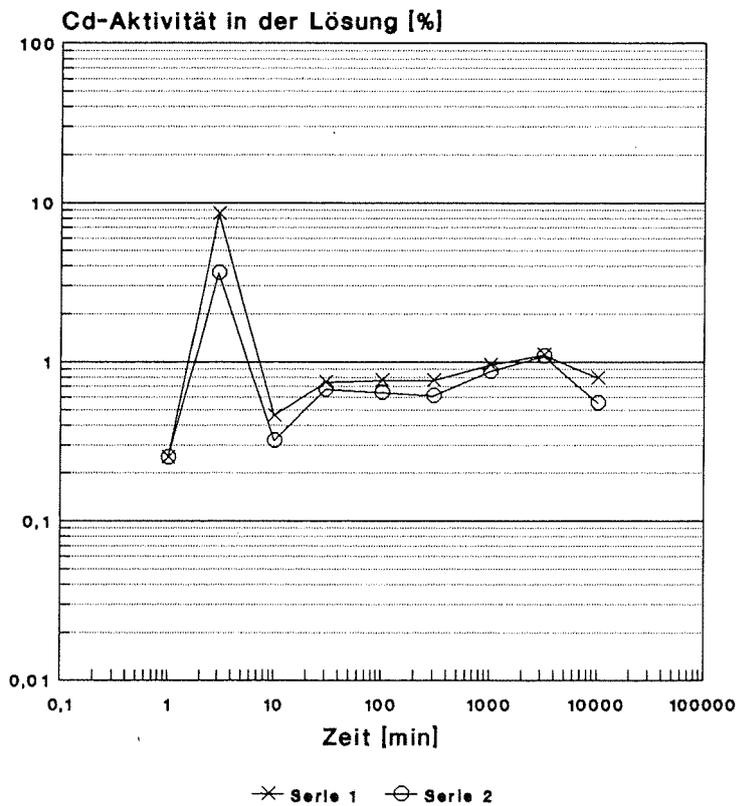


Abb. 21 Zeitabhängigkeit der Desorption von Cr-51 mit Wasser
-Granitverwitterung-



Zeitabhängigkeit der Desorption von Cd-109 mit Wasser
-Granitverwitterung-



4.2.2.2 Extrahierbarkeit der Radiotracer mit verschiedenen Salzlösungen

Die extrahierten ^{51}Cr -Anteile für die verschiedenen Böden sind in Tabelle 3 dargestellt. Daraus ist ersichtlich, daß die extrahierbaren ^{51}Cr -Mengen allgemein mit Ausnahme der Buntsandsteinverwitterung relativ gering und $< 2,6 \%$ sind. Die mit 1 M NaOAc extrahierbaren Tracermengen sind dabei am geringsten mit $0,46 \%$. Die mit $1 \text{ M NH}_4\text{NO}_3$ in Lösung gebrachte Aktivität ist bei drei der sieben untersuchten Böden (Muschelkalkverwitterung, Schotterboden und Buntsandsteinverwitterung) höher als die MgCl_2 -Werte. Bei den restlichen Böden liefert die MgCl_2 -Extraktion die höheren Werte.

Tab. 3: Mit verschiedenen Salzlösungen desorbierte ^{51}Cr -Menge [%]

	$1 \text{ M NH}_4\text{NO}_3$	1 M MgCl_2	1 M NaOAc
Moorboden	$0,18 \pm 0,06$	$0,33 \pm 0,01$	$0,46 \pm 0,05$
Auenboden	$0,26 \pm 0,02$	$0,38 \pm 0,01$	$0,28 \pm 0,01$
Muschelkalkverwitterung	$2,6 \pm 0,4$	$0,58 \pm 0,06$	$0,57 \pm 0,06$
Dautmergel	$1,14 \pm 0,01$	$2,1 \pm 0,2$	$0,35 \pm 0,01$
Schotterboden	$0,70 \pm 0,01$	$0,3 \pm 0,1$	$0,25 \pm 0,03$
Buntsandsteinverwitterung	28 ± 1	$11,9 \pm 0,1$	$0,35 \pm 0,02$
Granitverwitterung	$0,60 \pm 0,04$	$1,19 \pm 0,03$	$0,26 \pm 0,05$

Die desorbierten ^{109}Cd -Mengen sind aus Tabelle 4 zu entnehmen. Die größten Mengen des zugesetzten Tracers konnten mit Ausnahme der Buntsandsteinverwitterung mit MgCl_2 wiedergefunden werden, wobei die kleinste mit MgCl_2 extrahierte Menge bei 33% , die größte bei 65% lag. Die Buntsandsteinverwitterung nimmt auch im Falle von NaOAc eine Sonderstellung ein. Während bei allen anderen Böden der extrahierbare Anteil zwischen 6 und 32% und damit höher als die mit NH_4NO_3 extrahierbare Menge liegt, kann bei der Buntsandsteinverwitterung der größte Anteil mit NH_4NO_3 , 80% , vor MgCl_2 , 65% , und NaOAc , 60% , erzielt werden.

Tab. 4: Mit verschiedenen Salzlösungen desorbierte ^{109}Cd -Menge [%]

	1 M NH_4NO_3	1 M MgCl_2	1 M NaOAc
Moorboden	$1,16 \pm 0,06$	$0,33 \pm 1,7$	$7,1 \pm 0,5$
Auenboden	$4,8 \pm 0,02$	$52,01 \pm 0,08$	$19,3 \pm 0,1$
Muschelkalkverwitterung	$2,3 \pm 0,2$	35 ± 1	6 ± 1
Dautmergel	$16,1 \pm 0,5$	$57,5 \pm 0,3$	32 ± 1
Schotterboden	$1,9 \pm 0,1$	$45,4 \pm 0,5$	$8,3 \pm 0,2$
Buntsandsteinverwitterung	$80,0 \pm 0,1$	$65,3 \pm 0,5$	$60,6 \pm 0,1$
Granitverwitterung	$10,2 \pm 0,3$	$58,4 \pm 0,4$	29 ± 1

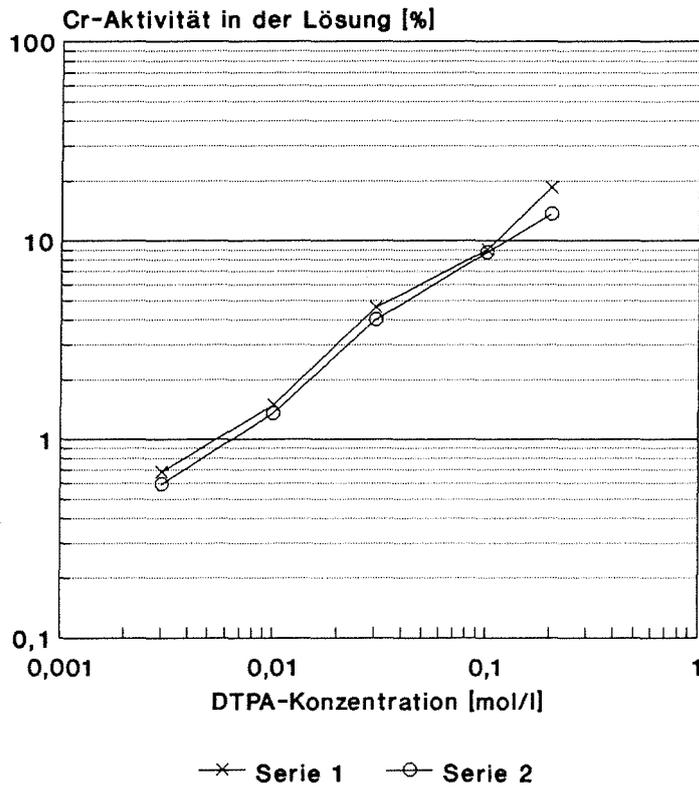
4.2.2.3 Desorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd mit DTPA in Abhängigkeit der Konzentration der DTPA-Lösung

Die Ergebnisse für Cr und Cd sind in den Abbildungen 22-28 dargestellt.

Die ^{51}Cr -Aktivität in der DTPA-Lösung steigt kontinuierlich mit zunehmender DTPA-Konzentration an. Die mit 0,003 M DTPA extrahierten Anteile liegen in fast allen Fällen zwischen 0,6 % und 2 %, die mit 0,2 M DTPA, der höchsten Konzentration, erzielten zwischen 12 % und 20 %. Höhere Werte konnten bei Muschelkalk-, 32 %, und Buntsandsteinverwitterung, 30 %, erzielt werden.

Die in Lösung gebrachte Radiotracermenge ist im Falle von Cd relativ unabhängig von der DTPA-Konzentration und somit nahezu konstant. Selbst die Unterschiede zwischen den verschiedenen Böden sind nicht besonders groß. Die in der DTPA-Lösung gemessenen ^{109}Cd -Aktivitäten liegen zwischen 80 % und 86 % der anfangs im Boden adsorbierten Tracermenge, wobei der Moorboden die niedrigsten, die Muschelkalkverwitterung hingegen die höchsten Werte liefert.

Abb. 22 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Moorboden-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Moorboden-

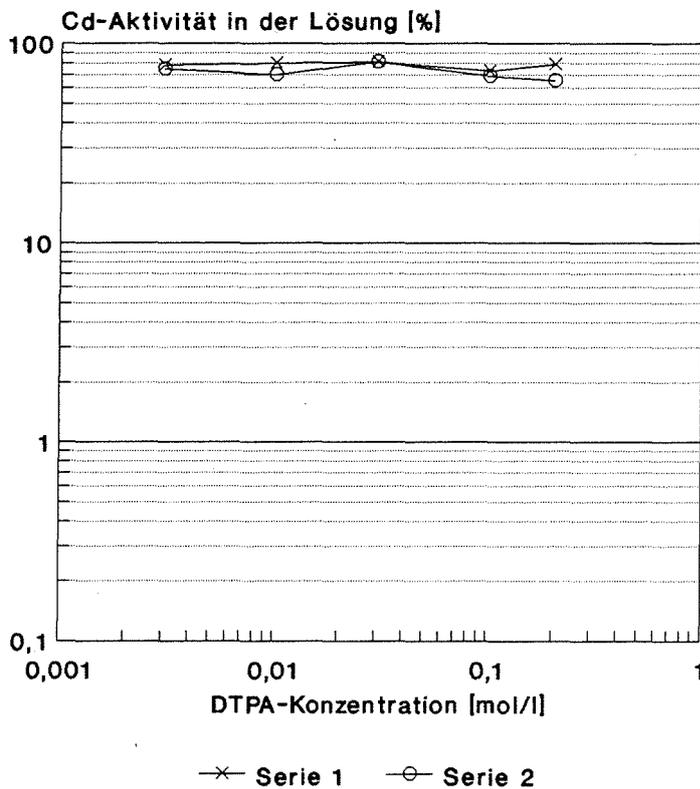
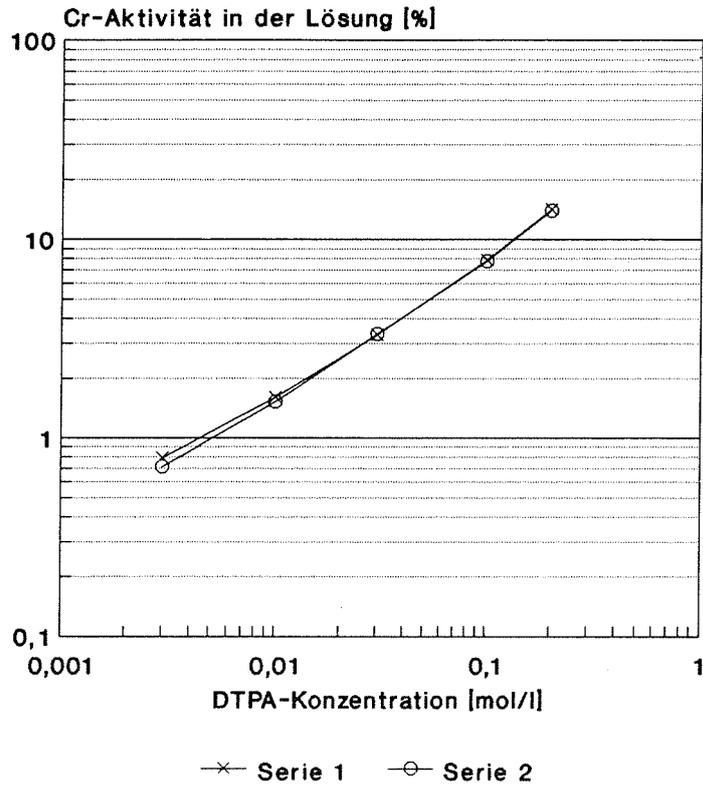


Abb. 23 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Auenboden-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Auenboden-

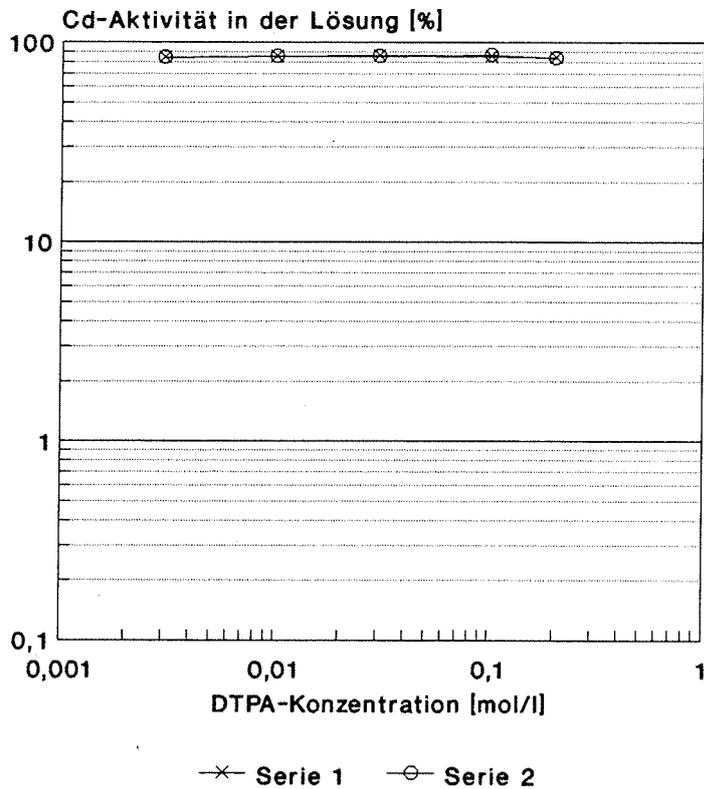
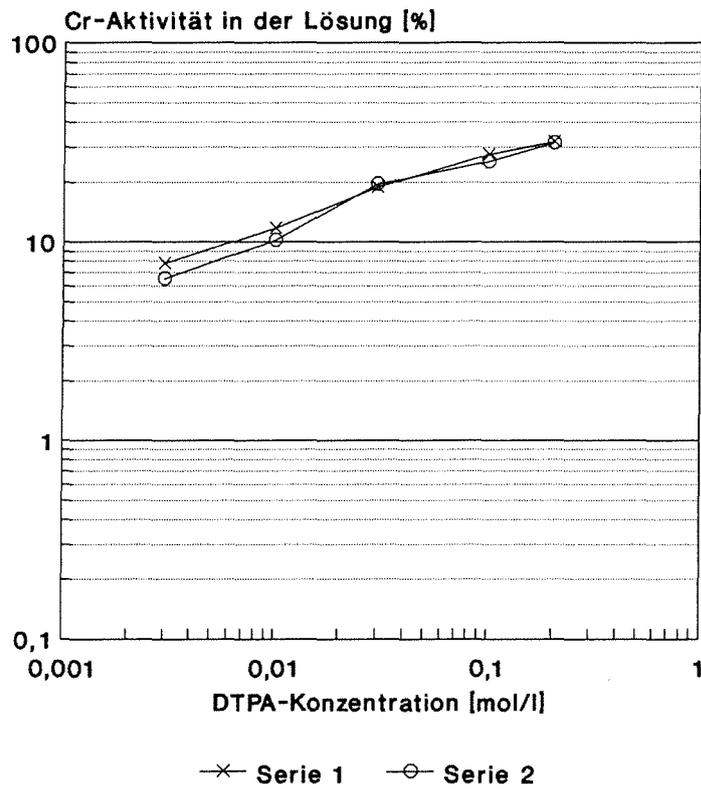


Abb. 24 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Muschelkalkverwitterung-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Muschelkalkverwitterung-

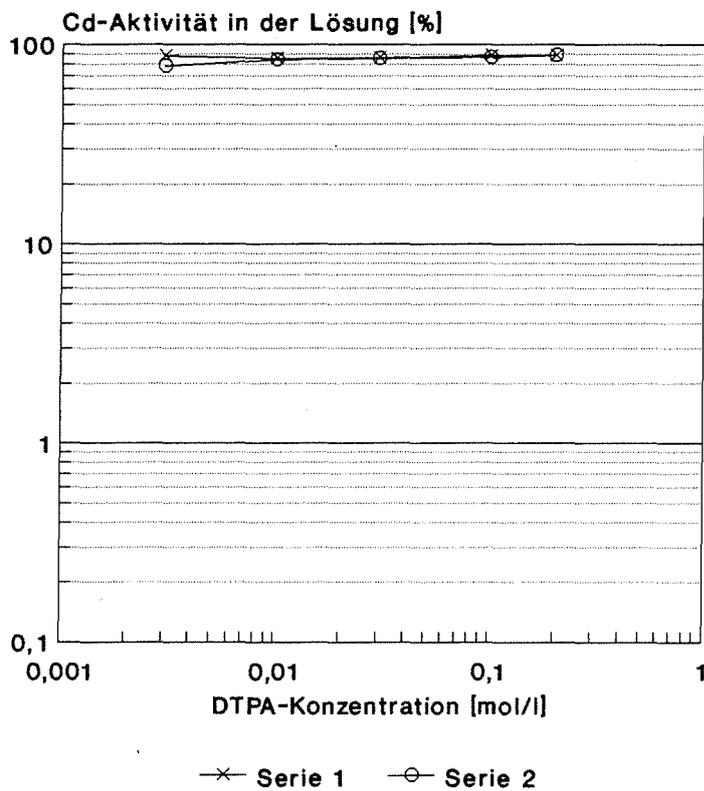
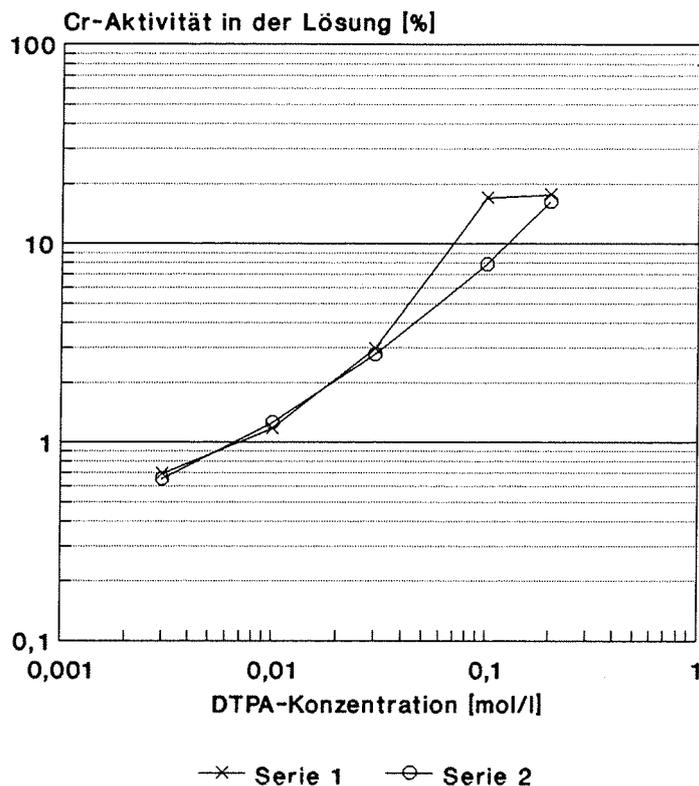


Abb. 25 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Dautmergel-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Dautmergel-

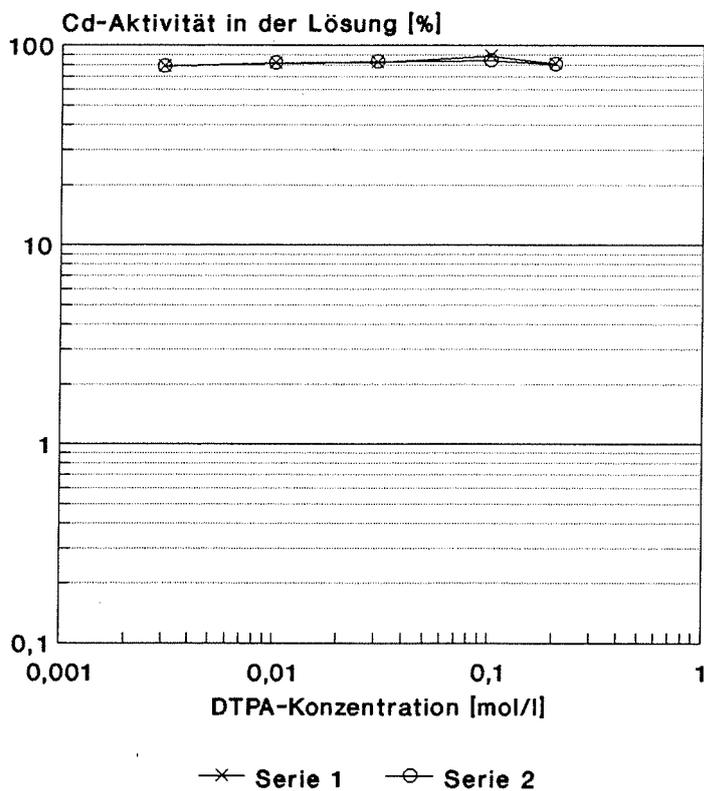
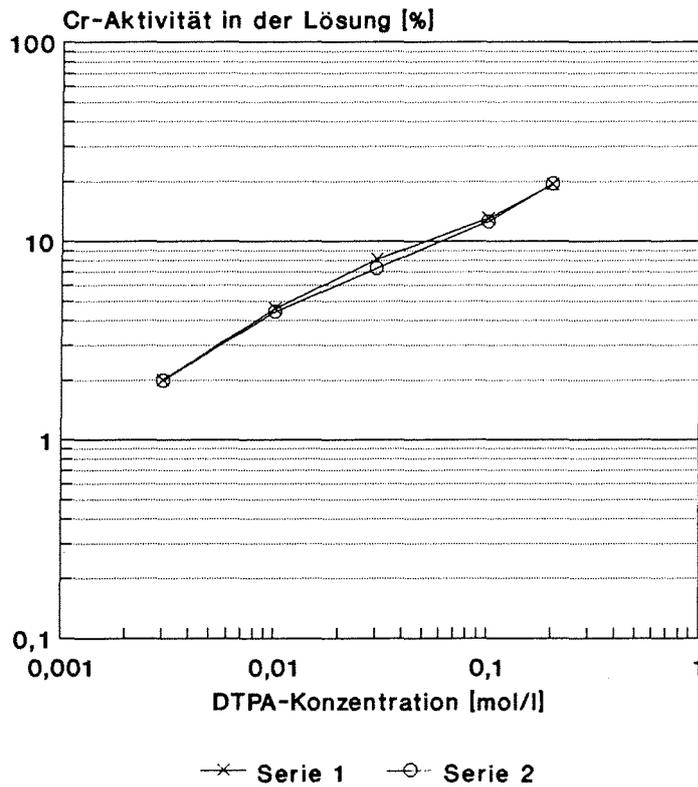


Abb. 26 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Schotterboden-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Schotterboden-

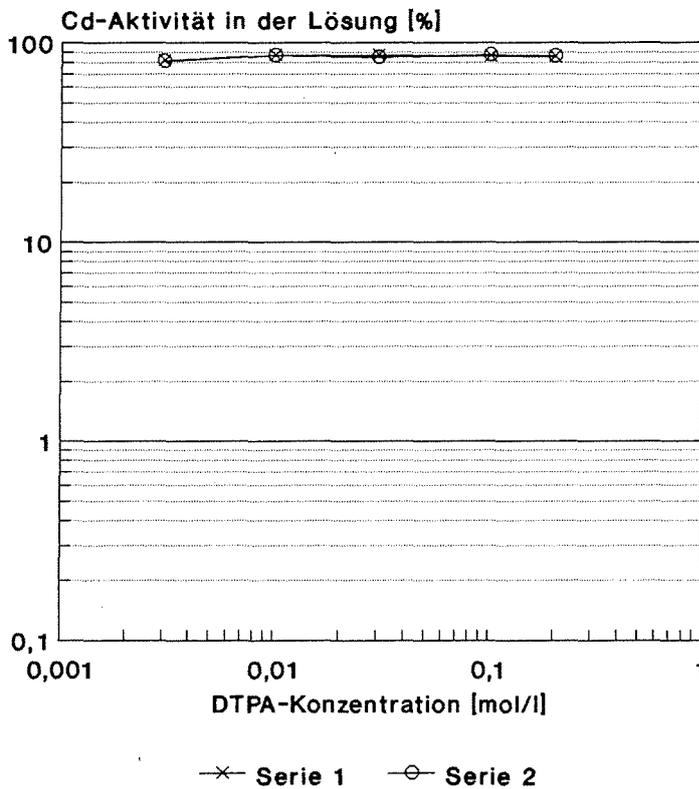
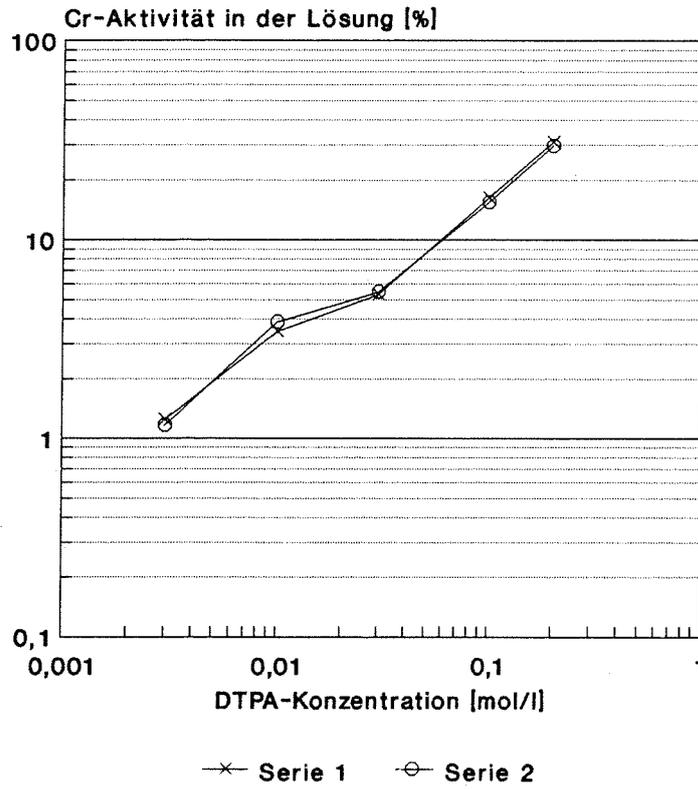


Abb. 27 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Buntsandsteinverwitterung-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Buntsandsteinverwitterung-

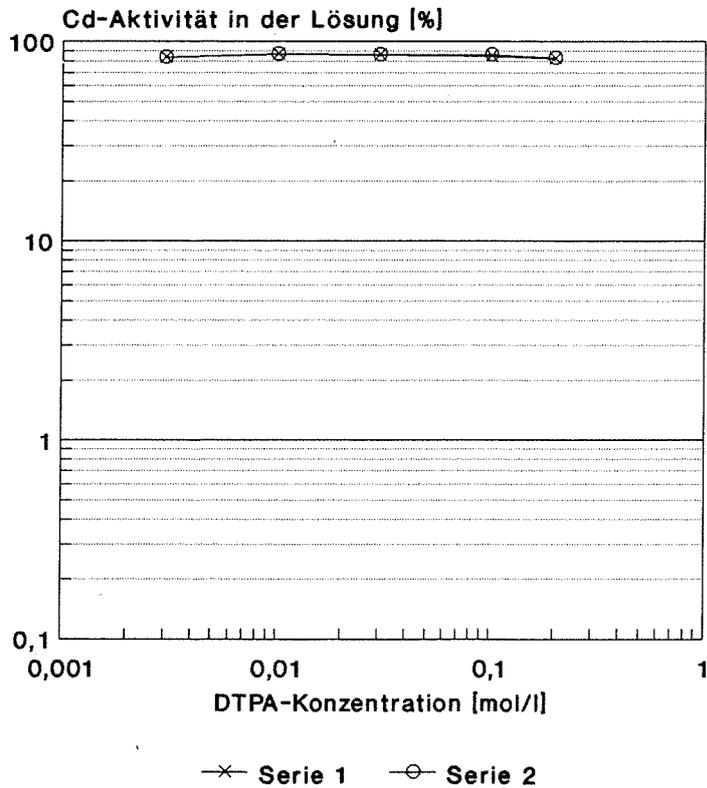
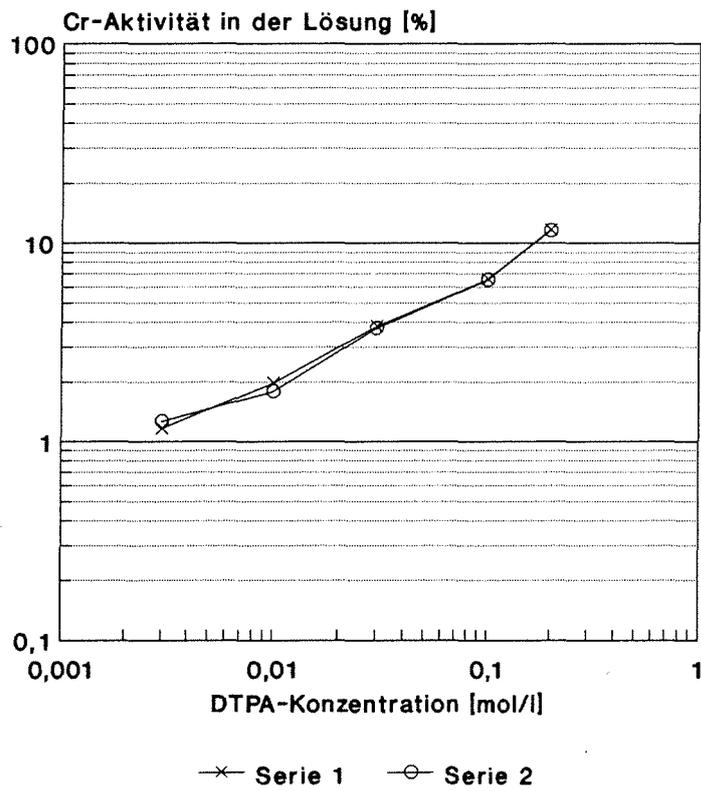
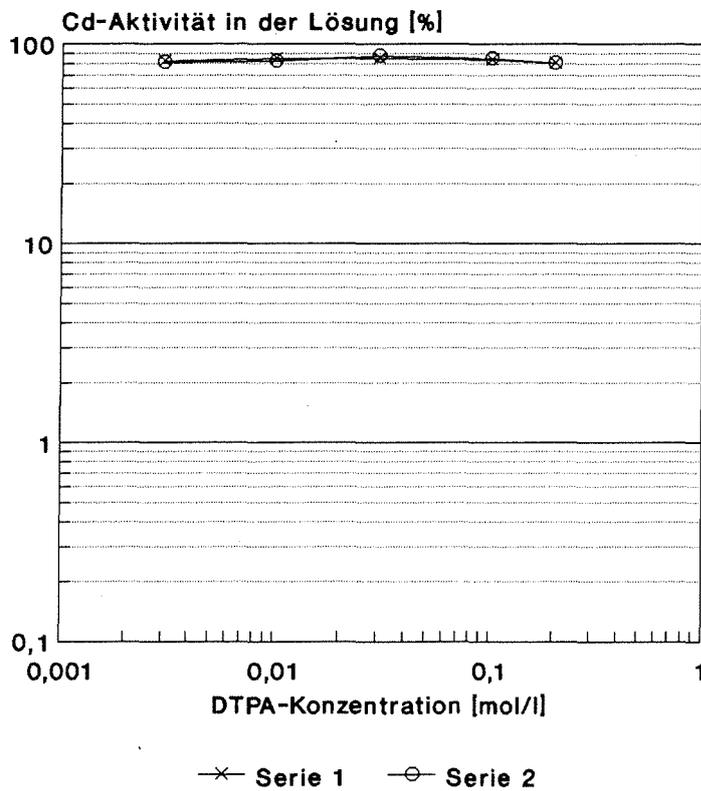


Abb. 28 Konzentrationsabhängige Desorption von Cr-51 mit DTPA
-Granitverwitterung-



Konzentrationsabhängige Desorption von Cd-109 mit DTPA
-Granitverwitterung-



4.3 Bestimmung des chemisch austauschfähigen Schwermetalls sowie des Schwermetallgesamtgehalts

4.3.1 Messung der Cr- und Cd-Gesamtgehalte

Die Gesamtgehalte der Böden an Cr und Cd sind in Tabelle 5 dargestellt.

Tab. 5: Cr- und Cd-Gehalte der Böden bestimmt nach HNO₃-Aufschluß

	[Cr] _{ges} [µg/g]	[Cd] _{ges} [ng/g]
Moorboden	54 ± 5	380 ± 12
Auenboden	96 ± 2	210 ± 15
Muschelkalkverwitterung	54,0 ± 0,9	210 ± 9
Dautmergel	112 ± 6	960 ± 53
Schotterboden	60 ± 10	300 ± 40
Buntsandsteinverwitterung	21 ± 1	90 ± 4
Granitverwitterung	40 ± 6	130 ± 7

Die Cr-Gehalte reichen von 21 µg/g (Buntsandsteinverwitterung) über mittlere Gehalte zwischen 40 µg/g und 60 µg/g (Granit- und Muschelkalkverwitterung, Schotter- und Moorboden) bis hin zu 96 µg/g beim Auenboden und 112 µg/g beim Dautmergel.

Die niedrigsten Werte von Cd finden sich bei Buntsandsteinverwitterung (90 ng/g) und Granitverwitterung (130 ng/g) gefolgt von Muschelkalkverwitterung und Auenboden (210 ng/g), Schotter- (300 ng/g) und Moorboden (380 ng/g). Der Dautmergel (960 ng/g) liegt mit Abstand an der Spitze.

4.3.2 Messung des chemisch austauschfähigen Anteils

Die chemisch austauschfähigen Schwermetallanteile, die nach dem ersten der beiden in Kapitel 2 beschriebenen Verfahren berechnet wurden, sind in Tabelle 6 und 7 dargestellt und mit den Gesamtgehalten verglichen.

Tab. 6: Gehalte der Böden an chemisch austauschfähigen und daher mobilem Cr verglichen mit dem Gesamtgehalt (durch Messung der DTPA bestimmt)

	[Cr _m] _{ges} [µg/g]	[Cr] _{ges} [µg/g]
Moorboden	3,7 ± 0,7	54 ± 5
Auenboden	2,5 ± 0,1	96 ± 2
Muschelkalkverwitterung	0,99 ± 0,09	54,0 ± 0,9
Dautmergel	1,62 ± 0,07	112 ± 6
Schotterboden	1,7 ± 0,1	60 ± 10
Buntsandsteinverwitterung	0,54 ± 0,02	21 ± 1
Granitverwitterung	1,45 ± 0,05	40 ± 6

Tab. 7: Gehalte der Böden an mobilem Cd verglichen mit dem Gesamtgehalt (durch Messung der DTPA bestimmt)

	[Cd _m] _{ges} [ng/g]	[Cd] _{ges} [ng/g]
Moorboden	260 ± 9	380 ± 12
Auenboden	135 ± 8	210 ± 15
Muschelkalkverwitterung	90 ± 16	210 ± 9
Dautmergel	610 ± 24	960 ± 53
Schotterboden	161 ± 3	300 ± 40
Buntsandsteinverwitterung	32 ± 1	90 ± 4
Granitverwitterung	70 ± 2	130 ± 7

Der mobile Cr-Anteil in % des Gesamtgehaltes nimmt wie folgt ab:

Moorboden	6,9%
Granitverwitterung	3,6%
Schotterboden	2,8%
Auenboden	2,6%
Buntsandsteinverwitterung	2,6%
Muschelkalkverwitterung	1,8%
Dautmergel	1,4%

Die chemisch austauschfähigen Cd-Anteile in % des Gesamtgehalts nehmen in folgender Reihenfolge ab:

Moorboden	68%
Auenboden	64%
Dautmergel	64%
Schotterboden	54%
Granitverwitterung	54%
Muschelkalkverwitterung	43%
Buntsandsteinverwitterung	36%

Tab. 8: Gehalte der Böden an mobilem Cr verglichen mit dem Gesamtgehalt (durch Differenzmessung ermittelt)

	[Cr _m] _{ges} [µg/g]	[Cr] _{ges} [µg/g]
Moorboden	< 96	54 ± 5
Auenboden	< 85	96 ± 2
Muschelkalkverwitterung	< 24	54,0 ± 0,9
Dautmergel	< 103	112 ± 6
Schotterboden	< 250	60 ± 10
Buntsandsteinverwitterung	< 40	21 ± 1
Granitverwitterung	< 139	40 ± 6

Tab. 9: Gehalte der Böden an mobilem Cd verglichen mit dem Gesamtgehalt (durch Differenzmessung ermittelt)

	[Cd _m] _{ges} [ng/g]	[Cd] _{ges} [ng/g]
Moorboden	180 ± 20	380 ± 12
Auenboden	100 ± 20	210 ± 15
Muschelkalkverwitterung	70 ± 10	210 ± 9
Dautmergel	250 ± 80	960 ± 53
Schotterboden	60 ± 50	300 ± 40
Buntsandsteinverwitterung	< 37	90 ± 4
Granitverwitterung	57 ± 10	130 ± 7

Tabelle 8 und 9 zeigen die mobilen Schwermetallkonzentrationen, die nach der in Kapitel 2 erläuterten "Differenzmethode" bestimmt wurden. Bei der Messung des mobilen Cr aus der Differenz der Bodenkonzentration ist bei allen Böden die Cr-Konzentration kleiner als die 2σ -Nachweisgrenze.

Die gemessenen Konzentrationen an mobilem Cd waren bis auf eine Ausnahme (Buntsandsteinverwitterung) größer als die Nachweisgrenze. Der Fehler war bei dieser Methode jedoch um vieles größer als bei Bestimmung des mobilen Cd durch Messung der DTPA-Lösung. Die durch beide Methoden ermittelten mobilen Schwermetallanteile lagen bei fast allen Böden im gleichen Bereich. Lediglich beim Dautmergel waren erhebliche Unterschiede festzustellen. Während durch Messung der DTPA-Lösung eine mobile Schwermetallmenge von 610 ± 24 ng/g notiert wurde, betrug diese Konzentration unter Anwendung der Differenzmethode 250 ± 80 ng/g.

5 Diskussion der Ergebnisse

Die Untersuchung der Zeitabhängigkeit der Adsorption von ^{51}Cr und ^{109}Cd ergibt bei allen Böden ein Absinken der Aktivität in der Lösung nach Zugabe des Tracers. Dies bedeutet, daß im allgemeinen mit der Zeit immer mehr Tracer an Tonmineralen, Humusstoffen, u.a. adsorbiert wird, ohne daß im Beobachtungszeitraum ein Gleichgewicht erreicht wurde. Die Aktivitäts-Zeit-Kurve ist für jeden Boden und für jedes Schwermetall unterschiedlich und stellt gewissermaßen eine Art "Fingerabdruck" des Einzelbodens dar. Die Adsorption von Cr^{3+} erreicht nach wenigen Minuten Werte $> 97\%$. Die Muschelkalkverwitterung stellt mit nur ca. 90% eine Ausnahme dar. Die Adsorption von Cd^{2+} erreicht nach wenigen Minuten Werte zwischen 80% und 99% .

Bei sechs der sieben Böden konnte kein gravierender Einfluß des zugesetzten stabilen Cd^{2+} auf die Verteilung zwischen Boden und Wasser beobachtet werden. Die Buntsandsteinverwitterung zeigt jedoch einen deutlichen Anstieg der ^{109}Cd -Konzentration in der Lösung ab einer zugesetzten Cd-Menge von $30\ \mu\text{g}$. Bei der geringen Austauschkapazität dieses Bodens ist eine schwächere Adsorption des Cd^{2+} bei Mengen $> 30\ \mu\text{g}$ anzunehmen. Ähnliche Experimente mit Cr^{3+} führten wegen der bereits bei sehr niedrigen Konzentrationen eintretenden Bildung von $\text{Cr}(\text{OH})_3$ zu schlecht reproduzierbaren Ergebnissen. Untersuchungen dazu müssen den wahrscheinlich nur langsam verlaufenden Isotopenaustausch zwischen Hydroxid und ^{51}Cr -Tracer sowie die Bildung von Kolloiden in der überstehenden Lösung berücksichtigen und konnten im Rahmen dieser Arbeit nicht abgeschlossen werden. Die mit Wasser desorbierten Aktivitätsanteile lagen für beide Metalle bei einer Schüttelzeit zwischen 1 min und 10000 min unter 10% . Bei allen Böden war zunächst ein Aktivitätsanstieg in der Lösung zu beobachten. Bei manchen Böden ist jedoch ab einer gewissen Zeit wieder ein Absinken der Aktivität in der Lösung zu beobachten. Die Interpretation dieser Zeitabhängigkeiten setzt wesentlich genauere Kenntnisse der Cr^{3+} - und Cd^{2+} -Chemie im Boden voraus, als zur Zeit für die untersuchten Böden zur Verfügung stehen.

Die mit NH_4NO_3 , MgCl_2 und NaOAc in Lösung gebrachten Cr^{3+} - und Cd^{2+} -Mengen waren deutlich höher als mit H_2O . Der Grund hierfür liegt darin, daß ein an Austauschern adsorbiertes Schwermetallion durch höhere Konzentrationen von NH_4^+ , Mg^{2+} und Na^+ leichter zu verdrängen ist, als durch die niedrigen Kationenkonzentrationen, die sich im Wasser einstellen. MgCl_2 desorbierte in den meisten Fällen die größten Tracermengen verglichen mit den beiden anderen Salzlösungen, da das zweiwertige Mg^{2+} die Schwermetallionen besser ver-

drängen kann als Na^+ und NH_4^+ . Außerdem ist neben der Verdrängung von Ionenaustausch- und Adsorptionsplätzen auch eine direkte Reaktion von Mg^{2+} mit den Hydroxiden unter Bildung von unlöslichem $\text{Mg}(\text{OH})_2$ zu erwarten. Cr-Konzentrationen $< 1\%$ waren unter Verwendung von NaOAc als Extraktionsmittel bei allen Bodenarten zu beobachten. Dies zeigt, daß Na^+ keine effektive Verdrängung von Cr^{3+} von den Austauschoberflächen bewirkt. Die relativ hohen Aktivitäten in der Lösung bei der Buntsandsteinverwitterung sind wahrscheinlich, auf die niedrige Kationenaustauschkapazität und die offensichtlich sehr schwache Bindung an den Austauschplätzen zurückzuführen.

Die Aktivität von ^{51}Cr in Abhängigkeit der Konzentration der DTPA zeigt für alle Böden einen kontinuierlichen Anstieg der Aktivität in der Lösung mit zunehmender Konzentration der DTPA-Lösung. Im Falle von ^{109}Cd ist kein Anstieg der Aktivität in der Lösung feststellbar. In diesem Verhalten spiegeln sich die Unterschiede der Löslichkeit der Hydroxide, der Bindung an Ionenaustausch- und Adsorptionsplätzen sowie der Stabilität der DTPA-Komplexe von Cr und Cd wieder. Der mittels DTPA erfaßbare Cd-Anteil wird offensichtlich bereits mit $0,003 \text{ M}$ DTPA quantitativ in einen löslichen Komplex überführt.

Die durch Auslaugung der Böden mit DTPA bestimmte chemisch , austauschfähige Schwermetallmenge kann überschätzt werden, da durch die DTPA eventuell Strukturen wie z.B. Carbonate gelöst werden, in die Schwermetalle eingebaut sind, die aber am Isotopenaustausch mit dem Radiotracer nicht teilgenommen haben. Die Berechnung der mobilen Schwermetallkonzentration aus der Differenz vor und nach der Auslaugung erscheint nicht besonders sinnvoll, da im Falle von Cr der mobile Anteil in allen Fällen kleiner als die Nachweisgrenze ist und bei Cd der Fehler wesentlich größer ist als bei Ermittlung des verfügbaren Anteils aus der Schwermetallkonzentration in der DTPA-Lösung. Dazu kommt, daß der Arbeitsaufwand durch die doppelte Bodenanalyse wesentlich höher ist. Bei allen zukünftigen Untersuchungen wird daher die Messung in der DTPA-Lösung als Methode der Wahl eingesetzt. Inwieweit der mobile Anteil durch die DTPA-Lösung überschätzt wird, läßt sich durch die Bestimmung der spezifischen Aktivität in Wasser im Vergleich mit der DTPA-Lösung bestimmen. Systematische Untersuchungen mit den genannten Lösungen auf ihre spezifische Aktivität in $\text{Bq } ^{51}\text{Cr/g Cr}^{3+}$ und $\text{Bq } ^{109}\text{Cd/g Cd}^{2+}$ werden zur Zeit durchgeführt, konnten aber noch nicht abgeschlossen werden.

Vergleicht man die Konzentrationen der Böden an chemisch austauschfähigen Schwermetall mit ihren Gesamtgehalten (Abb. 29), so läßt sich für Cr nur eine vage Korrelation feststellen. Bei Cd hingegen steigt die verfügbare Menge linear mit dem Gesamtgehalt an (siehe Abb. 30).

Betrachtet man die mobile Schwermetallmenge in Abhängigkeit vom pH-Wert, so ist für beide Schwermetalle keinerlei Beziehung festzustellen. Sowohl Cr, als auch Cd zeigen eine Zunahme der verfügbaren Schwermetallmenge mit steigendem Humusgehalt des Bodens, wobei der Dautmergel im Falle von Cd eine Ausnahme darstellt (Abb. 31 und 32). Dies könnte eventuell auf die Klärschlammbehandlung dieses Bodens zurückzuführen sein. Darüberhinaus ist auch ein Anstieg der verfügbaren Schwermetallmenge mit zunehmender Kationenaustauschkapazität feststellbar (Abb. 33 und 34). Auch in diesem Fall weicht der Cd-Wert des Dautmergels deutlich ab. Desweiteren wurde die Beziehung zwischen mobilem Schwermetall und Gehalt des Bodens an Mittel-, Feinschluff und Ton untersucht. Hier konnte ebenso wie beim pH-Wert keinerlei Beziehung zwischen beiden Größen festgestellt werden.

Die Isotopenverdünnungsanalyse wurde bisher nie zur Bestimmung des mobilen Anteiles von Cd^{2+} und Cr^{3+} angewendet. Die Boden-Lösungs-Experimente erfolgten mit einem Anteil von Cd^{2+} und Cr^{3+} , der zum Isotopenaustausch mit ^{51}Cr und ^{109}Cd fähig ist. Ein Vergleich mit den Ergebnissen, die in der Literatur angegeben werden ist daher praktisch nicht möglich.

Abb. 29 Gehalt des Bodens an verfügbarem Cr in Abhängigkeit vom Gesamtgehalt

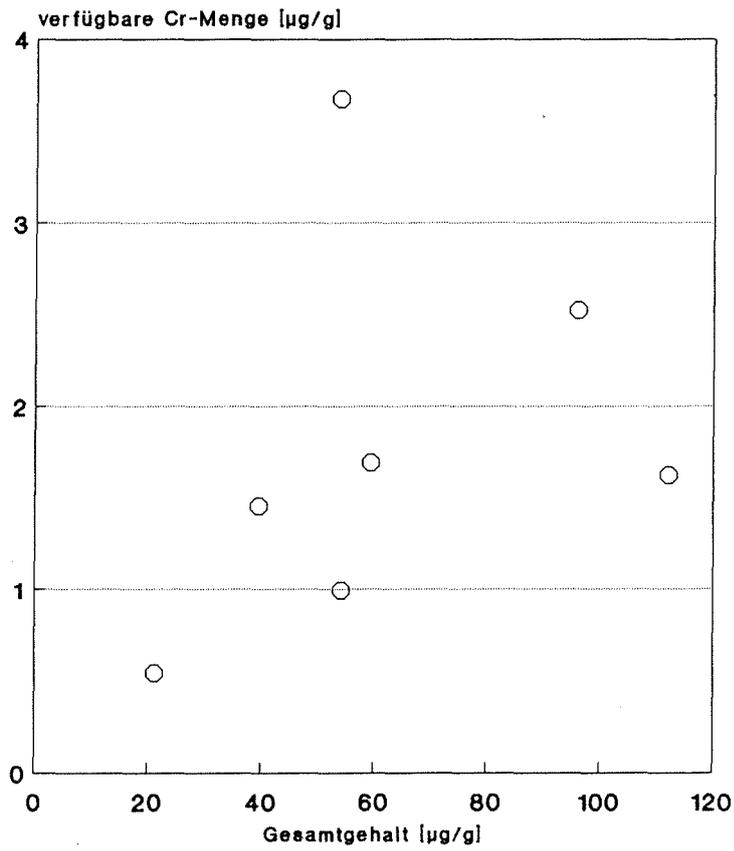


Abb. 30 Gehalt des Bodens an verfügbarem Cd in Abhängigkeit vom Gesamtgehalt

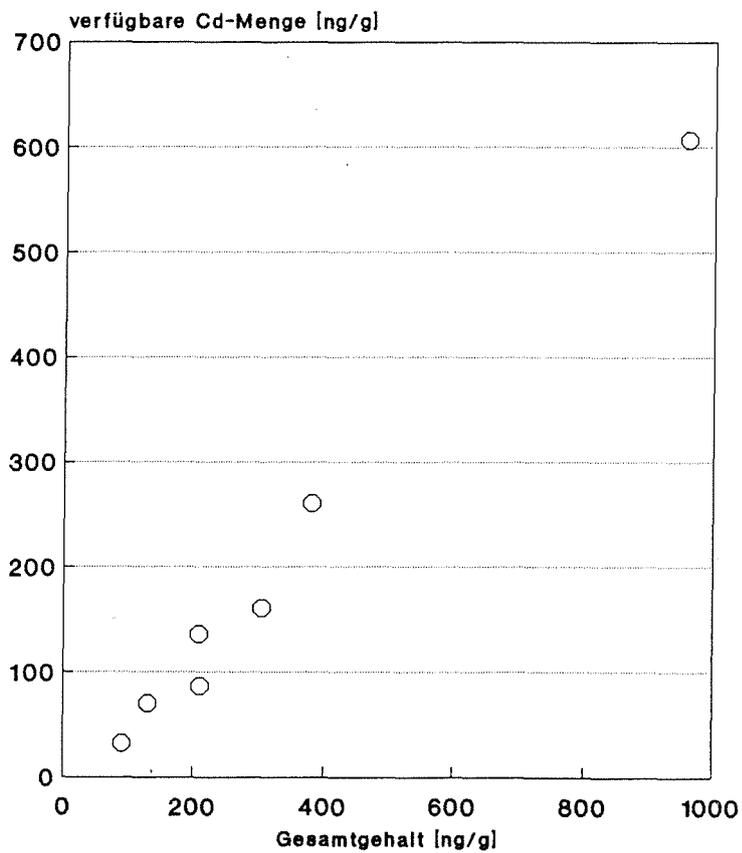


Abb. 31 Gehalt des Bodens an verfügbarem Cr in Abhängigkeit vom Humusgehalt

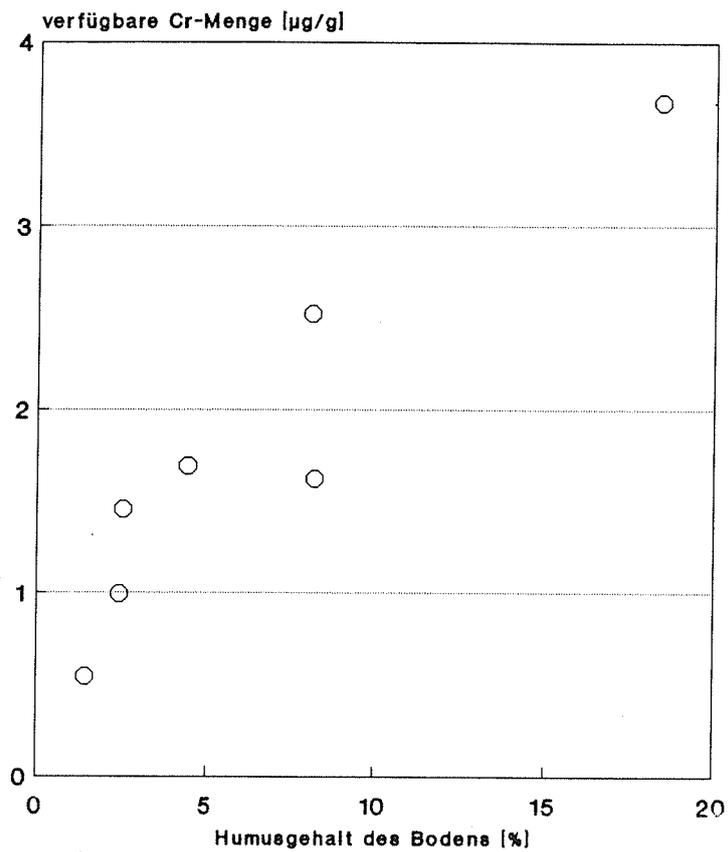


Abb. 32 Gehalt des Bodens an verfügbarem Cd in Abhängigkeit vom Humusgehalt

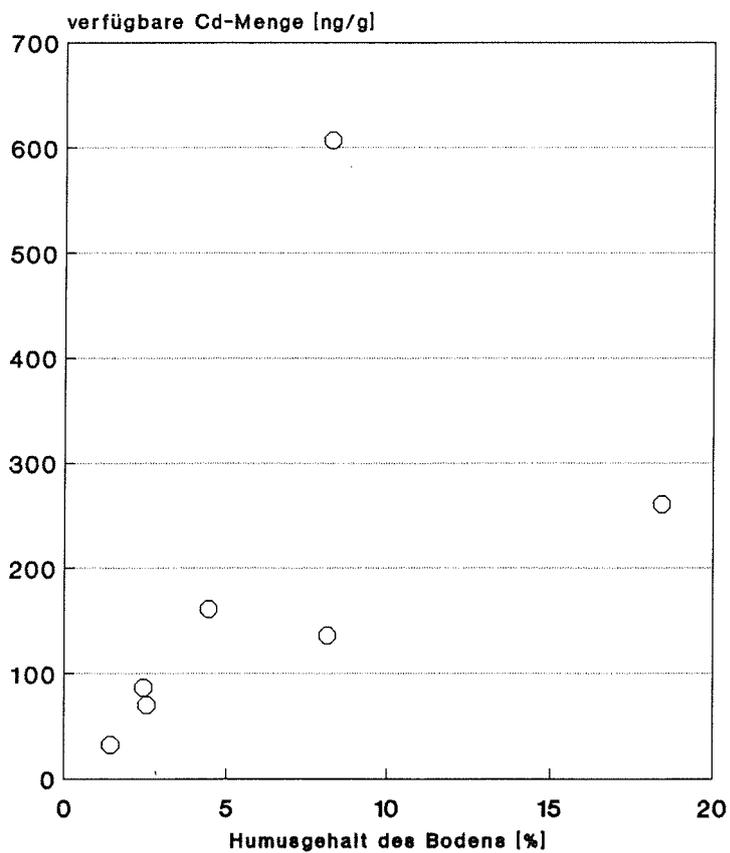


Abb. 33 Gehalt des Bodens an verfügbarem Cr in Abhängigkeit von der Kationenaustauschkapazität

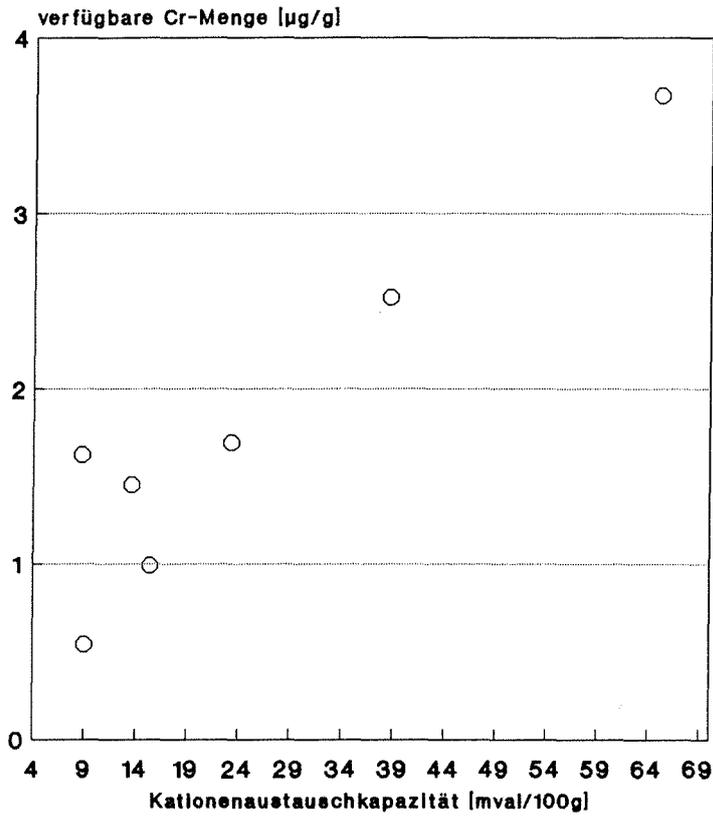
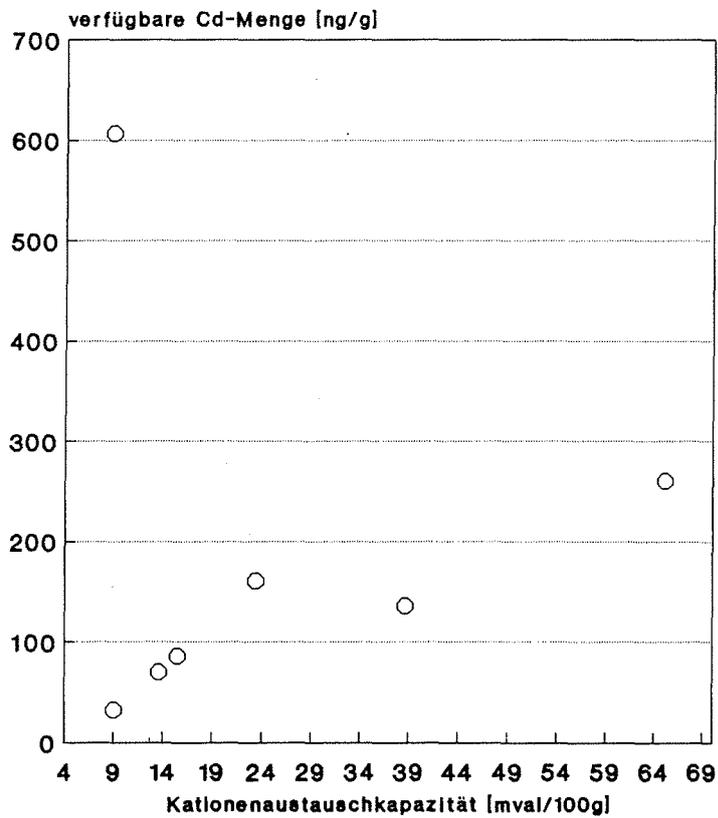


Abb. 34 Gehalt des Bodens an verfügbarem Cd in Abhängigkeit von der Kationenaustauschkapazität



6 Zusammenfassung

1. Mit ^{51}Cr und ^{109}Cd wurde die Adsorption und Desorption von Cr und Cd mit Wasser und sieben Böden in Abhängigkeit von der Kontaktzeit bestimmt. Dabei konnte für beide Metalle und alle Böden im Falle der Adsorption im allgemeinen eine Abnahme der Aktivität in der Lösung mit zunehmender Kontaktzeit festgestellt werden. Der Zusatz von stabilem Cd^{2+} beeinflusste die Adsorption nur wenig, die Zugabe von Cr^{3+} lieferte nicht reproduzierbare Ergebnisse. Die mit Wasser desorbierten Schwermetallmengen nehmen mit Zunahme der Kontaktzeit häufig zu. Den genauen Verlauf der Zeitabhängigkeit von Adsorption und Desorption ist kompliziert und typisch für jeden Boden und jedes Metall. Die Interpretation dieser unterschiedlichen Verhaltensweisen ist mit unserem gegenwärtigen Wissen über die sieben Böden nicht möglich.

2. Die durch Markierung mit ^{51}Cr und ^{109}Cd bestimmte Löslichkeit von Cr^{3+} und Cd^{2+} in verschiedenen Salzlösungen liegt in folgenden Bereichen:

	Cr	Cd
NH_4NO_3	0,18 - 28%	1,16 - 80,0%
MgCl_2	0,3 - 11,9%	33,0 - 65,3%
NaOAc	0,25 - 0,57%	6 - 60,6%

3. Die DTPA-Löslichkeit von Cr und Cd in Abhängigkeit von der Konzentration der DTPA-Lösung führte zu folgenden Ergebnissen: Die Löslichkeit von Cr^{3+} steigt mit Zunahme der Konzentration von 0,003 M auf 0,2 M kontinuierlich an. Das gesamte verfügbare Cd wird jedoch bereits mit 0,003 M DTPA komplexiert und in Lösung gebracht.

4. Es wurden die chemisch austauschfähigen Cr- und Cd- Anteile gemessen. Die Werte für die sieben untersuchten Böden liegen bei

Cr:	1,4	-	6,9	%
Cd:	36	-	68	%

des Gesamtgehalts gemessen durch HNO_3 -Aufschluß.

5. Beziehungen der chemisch austauschfähigen Schwermetallanteile zum abschlämmbaren Anteil bzw. zum pH-Wert des Bodens konnten nicht festgestellt werden. Einen Anstieg der mobilen Schwermetallmenge mit Zunahme von Humusgehalt und Kationenaustauschkapazität konnte für beide Metalle beobachtet werden. Eine eindeutige Beziehung zum Gesamtgehalt des Bodens ist nur im Falle von Cd gegeben.

7 Literaturverzeichnis

- [1] Klute A., Methods of Soil Analysis Part 1 Physical and Mineralogical Methods, Agronomy No.9 Part 1 2nd Edition, Madison, Wisconsin USA, 1986
- [2] Page A.L., Miller R.H., Keeney D.R., Methods of Soil Analysis Part 2 Chemical and Microbiological Properties, Agronomy No.9 Part 2 2nd Edition, Madison, Wisconsin USA, 1982
- [3] Scheffer F., Schachtschabel P., Lehrbuch der Bodenkunde, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, 1976

ANHANG

A1 Messung des pH-Werts

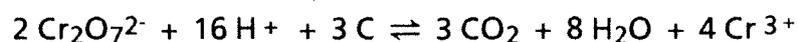
10 g gesiebter (< 2 mm), lufttrockener Boden werden mit 20 ml 0,01 M CaCl₂ versetzt, kurz aufgerührt und über Nacht stehen gelassen. Vor der Messung wird der Boden noch einmal kurz aufgeschlämmt und anschließend wird gewartet bis sich die Bodenteilchen wieder abgesetzt haben. Die Messung erfolgte mit einem pH-Meter pH 537 der Firma WTW, Weinheim [1-3].

A2 Titrimetrische Bestimmung des Humusgehalts

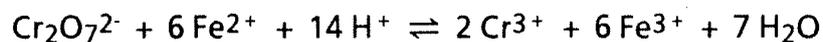
1-5 g lufttrockener, gesiebter (< 2 mm) Boden werden in einem 250 ml Meßkolben mit 25 ml 1/3 M K₂Cr₂O₇ (98,06 g K₂Cr₂O₇ + 100 ml H₂SO₄ 95-97 %) versetzt. Anschließend gibt man unter Kühlen im Eisbad 40 ml H₂SO₄ 95-97% zu. Parallel wird immer eine Blindprobe ohne Boden mit angesetzt. Die Meßkolben werden nun 3 h auf ein Wasserbad gebracht. Nach dem Abkühlen wird auf 250 ml aufgefüllt und über Nacht stehen gelassen. Man überführt 25 ml der Lösung in ein Becherglas, verdünnt diese mit destilliertem Wasser auf ca. 70 ml und gibt 3 Tropfen einer 1/40 M Tri-1,10-Phenanthrolin-Eisen(II)-Salzlösung (Fa. Merck) als Indikator zu. Die Lösung wird unter intensiven Rühren mit 0,2 M FeSO₄ · 7 H₂O (55,6 g FeSO₄ · 7 H₂O + 100 ml H₂SO₄ 95-97%) bis zum Umschlag von grün nach rotbraun titriert.

Auswertung:

K₂Cr₂O₇ wird in schwefelsaurer Lösung zu Cr³⁺ reduziert, während die organische Substanz (Kohlenstoff) zu CO₂ oxidiert wird:



Da Cr₂O₇²⁻ im Überschuß zugegeben wurde erfolgt eine Rücktitration mit FeSO₄:



Da FeSO₄ nicht besonders stabil ist und ein Teil des Fe²⁺ bereits zu Fe³⁺ oxidiert sein kann, ermittelt man einen Titrierfaktor für die Fe(II)-Lösung aus dem Verhältnis von theoretischem und tatsächlichem Verbrauch bei der Blindwerttitration.

$$\text{Humusgehalt}[\%] = 1,724 \cdot \frac{(8,3 \cdot 10^{-4} - 3,3 \cdot 10^{-2} \cdot \text{Verbrauch}[l]) \cdot 800}{\text{Einwaage}[g]}$$

Zu Fehlern durch die Annahme von reinem C statt O-, H-, S-, N-Verbindungen siehe [1-3].

A3 Bestimmung der Kationenaustauschkapazität [1-3]

5 g lufttrockener Boden wurden 3 mal mit je 33 ml "Sättigungslösung" (0,4 M NaOAc 0,1 M NaCl in 60% Ethanol, pH 8,2) in einer 100 ml Kautexflasche 5 min lang im Überkopfschüttler geschüttelt und anschließend ca. 5 min lang bei 2000 U/min zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird abdekantiert und verworfen. Danach wird die gleiche Prozedur mit 0,25 M Mg(NO₃)₂ durchgeführt. Die Lösungen werden jedoch nicht verworfen, sondern in einen 100 ml Meßkolben überführt.

Die quantitative Na⁺-Bestimmung in der Lösung erfolgte mit einem Flammenphotometer 943 der Firma Instrumentation Laboratory. Die Chloridionen in der Lösung wurden titrimetrisch nach Mohr [2] bestimmt.

$$KAK [mval(100g)] = \frac{(Na^+ [mval] - 5 \cdot Cl^- [mval]) \cdot 20}{100 g}$$

A4 Bestimmung der Körnung

A4.1 Zerstörung der organischen Substanz nach Kunze und Dixon

100 g gesiebter (< 2 mm) Boden werden in einem 1000 ml Becherglas mit Wasser im Verhältnis 1:1 bis 1:2 versetzt. Falls nötig wird die Lösung mit 1 M HCl auf einen pH-Wert < 6 gebracht. Anschließend wird 30% H₂O₂ in Portionen von 5-10 ml unter Rühren zugesetzt. Die Bechergläser sollten vorsichtshalber in ein Eisbad gebracht werden. H₂O₂ sollte solange zugegeben werden bis die Lösung nicht mehr schäumt und sprudelt. Dann werden die Bechergläser in ein Wasserbad gebracht und unter ständiger Aufsicht bis ca. 65-70 °C erhitzt. Es wird ständig H₂O₂ zugesetzt bis annähernd eine 10% Lösung entsteht. Das Gesamtvolumen der Lösung wird auf das Anfangsvolumen eingedampft. Die Lösung einschließlich Boden wird möglichst quantitativ in ein Zentrifugiergefäß überführt und bei ca. 2500 U/min 5-10 min lang zentrifugiert. Ist die überstehende Lösung anschließend noch trübe, gibt man ein paar Tropfen 0,5 M MgCl₂ zu und wiederholt den Zentrifugiervorgang. Die überstehende Lösung wird abdekantiert und verworfen. Der Rückstand wird bei ca. 115 °C getrocknet [1-3]

A4.2 Bestimmung der Korngrößenverteilung zwischen 2 - 0,025 mm nach der Siebtechnik

Die Gewichte der nach A4.1 behandelten Böden werden bestimmt und nacheinander durch Siebe der Porengrößen 2 mm, 0,63 mm, 0,25 mm, 0,063 mm und 0,025 mm gespült. Die Rückstände in den einzelnen Sieben werden bei 115 °C getrocknet. Somit können die Fraktionen Grobsand (0,63-2 mm), Mittelsand (0,25-0,63 mm), Feinsand (0,063-0,25 mm) und Grobschluff (0,025-0,063 mm) prozentual bestimmt werden. Die Differenz zum Ausgangsgewicht stellt die Summe der Fraktionen Mittel-, Feinschluff und Ton dar [1-3].