

DIE PHOTOMETRISCHE BESTIMMUNG VON SCHWEFEL, FLUORID UND CHLORID - EIN VERFAHREN ZUR DIAGNOSE VON ABGASBELASTUNGEN

Von

RABER J., LIKUSSAR W., HUBER H. und GRILL D.

Aus den Instituten für Anorganische und Analytische Chemie, Pharmazeutische Chemie
sowie Pflanzenphysiologie der Karl-Franzens-Universität Graz

P R O B L E M S T E L L U N G

In der Steiermark erfolgte eine großräumige Schaderhebung mittels Infrarotfilm (SCHNOPFHAGEN 1977, 1980a). Diese schließt allerdings die Notwendigkeit zusätzlicher Untersuchungen, insbesondere in bereits mit Luftverunreinigungen belasteten Gebieten als Diagnose, sowie in kaum belasteten Gebieten als Beweissicherung nicht aus. Vorwiegend werden in derartigen Fällen neben Luftmessungen die Analyse von Pflanzenmaterial (S, F, Cl) herangezogen. Über derartige Untersuchungen berichtet SCHNOPFHAGEN 1980b.

Bis vor wenigen Jahren wurden solche Analysen biologischen Materials mit recht umständlichen und aufwendigen Methoden der klassischen analytischen Chemie im Makromaßstab durchgeführt. Mit einer solchen Methodik war es undenkbar, Rauchschadenserhebungen in großem Stil in Reihenversuchen zu planen. Erst die Verbrennung im geschlossenen System im Halbmikromaßstab und die Entwicklung empfindlicher Nachweisreagenzien (SO_4^{-2} , Cl^- , F^-) brachte einen Einbruch in die Problematik "Schnellanalyse pflanzlichen Materials".

An dieser Stelle soll nun über Erfahrungen mit einer Methode von LIKUSSAR et al. 1976 sowie methodischen Verbesserungen berichtet werden.

A N A L Y S E N V E R F A H R E N

Zur Schadbilddokumentation wurden von verschiedenen Instituten zwischen 1976 und Sommer 1980 bereits ca. 2500 Pflanzenproben, vornehmlich Fichtennadeln analysiert. Auch Borken, Flechten und Früchte konnten mit zufriedenstellender Reproduzierbarkeit bearbeitet werden.

P r i n z i p d e r M e t h o d e

Ca. 100 mg homogenes Pflanzenmaterial wird bei 105°C getrocknet und nach SCHÖNIGER in einer Sauerstoffatmosphäre verbrannt. Nach Absorption in 20 ml H₂O₂ 3%ig werden Metallspuren durch Einbringen von etwas Kationen-Austauscherharz in die Lösung entfernt. Je 5 ml der Absorptionslösung werden nun

- a) mit Bariumchloranilat (50 % Äthanol, 10% Phtalatpuffer 0,05 M)
- b) mit Quecksilberchloranilat (50 % Äthylenglykolmonomethyläther, 10 % HNO₃ 0,5 M)
- c) mit Alizarinkomplexan (Acetatpuffer, Lanthannitrat, Aceton) versetzt, auf 50 ml aufgefüllt und bei 332 nm (S, Cl) oder 620 nm (F) spektralphotometrisch gemessen.

E r g ä n z u n g e n d e r M e t h o d e

Umfangreiche Erfahrung wurde bei der S-Bestimmung im Pflanzenmaterial gemacht. Deshalb betreffen die Standardisierungsvorschläge und Bemerkungen zur Verbesserung vor allem diesen analytischen Bereich. Für die Bestimmung der beiden anderen Elemente F und Cl ist jedoch sinngemäß zu verfahren.

S t a n d a r d i s i e r u n g

1) Verwendung von pulverisiertem Material statt ganzer Nadeln erbringt Werte mit besserer Konstanz.

2) Die Verwendung von 1 g Austauscherharz ist zu empfehlen, da sich herausstellte, daß in einigen Fällen die Originalangabe von 0,3 g unzureichend ist. Es sei hier erwähnt, daß nur das Einsetzen von Austauscherharzen in der Na⁺ Form, gut gewaschen, befriedigende Handhabung der Methode gewährleistet, da Harze in H⁺ Form größere Flüssigkeitsmengen bedingen (Neutralisation).

3) Die Einwirkungsdauer des Ionenaustauschers darf 5 Minuten nicht unterschreiten.

4) Die Rührdauer (Umsatz des Reagens mit den Anionen SO₄⁻² und Cl⁻) hat mindestens 25 Minuten zu betragen und

5) die Messung hat 20 bis 25 Minuten nach der Beendigung der Rührphase zu erfolgen.

Neben jeder Meßserie, in unserem Fall 6 - 8 Messungen, muß eine Blindverbrennung durchgeführt werden, um die Grundabsorption zu überprüfen. Als günstig erweist sich auch eine gelegentliche Verbrennung mit zugesetzter Sulfatmenge, welche in der Endberechnung ca. 0,3 % SO₃ betragen soll.

Unter Berücksichtigung dieser Gesichtspunkte erhält man bei 10 Parallelproben + 8 % Streuung, bei Verwendung von unzerkleinerten Nadeln um + 12 %. An dieser Stelle ist auch die Frage aufzuwerfen, ob nicht die Nadeln vor dem Aufarbeiten zu waschen sind. KRONBERGER 1981 weist darauf hin, daß kaum Verluste von F⁻ durch Auswaschen zu erwarten sind. Die Fehlermöglichkeiten durch Auflagerungen z.B. CaSO₄ sind groß und ergeben zu hohe Schwefelwerte. Auch aufgelagerte Metallstäube könnten Störungen der Methode hervorrufen, da sie die Kapazität des eingesetzten Ionenaustauschers überfordern. In der

Steiermark wurde mit Analysen ungewaschener Pflanzenproben begonnen; für die gegenwärtig laufende Dokumentationsphase wird das Verfahren in dieser Form beibehalten.

S C H L U S S B E M E R K U N G E N

Aus den Erfahrungen der Analyse einer großen Probenanzahl hat sich die Brauchbarkeit der photometrischen Bestimmungsmethode als Schnellverfahren erwiesen. Eine zufriedenstellende Reproduzierbarkeit ist nur dann gegeben, wenn die in der vorliegenden Arbeit angegebenen Vorschläge zur Standardisierung beachtet werden. Die komplizierten Verfeinerungsvorschläge zur Bestimmung von S mit Bariumchloranilat nach SCHWAGER & KELLER 1976 waren für Routineuntersuchungen zu aufwendig.

Vergleiche sowie Umrechnungen mit Ergebnissen anderer Verfahren liegen noch nicht vor.

L I T E R A T U R

- KRONBERGER, W., 1981: Die Ab- und Auswaschung von Fluorid als Mechanismus zur Verringerung der Fluorakkumulation in Nadeln und Blättern. Mitt.Forstl.Bundesversuchsanstalt Wien (im Druck).
- LIKUSSAR, W., RABER, J., HUBER, H. und GRILL, D., 1976: The spectrophotometric determination of Sulfate, Chloride and Fluoride in plant materials. Anal. Chim.Acta 87: 245-250.
- SCHNOPFHAGEN, S., 1977: Immissionszonenerhebung mit Infrarotfilm über forstliche Vegetationsschäden 1971 - 1976 in der Steiermark. In: Luftgüte und Wald in der Steiermark. Amt der Stmk. Landesreg. 4 - 10.
- SCHNOPFHAGEN, S., 1980a: Großräumige Erhebung von Immissionszonen mit Infrared-Film in der Steiermark. Mitt.Forstl.Bundesversuchsanstalt Wien 131: 33-42.
- SCHNOPFHAGEN, S., 1980b: Immissionskontrolle in Waldgebieten durch die Forstbehörde in der Steiermark. Mitt.Forstl.Bundesversuchsanstalt Wien 131: 11-32.
- SCHWAGER, H. und KELLER, Th., 1976: Zur Mikrobestimmung des Gesamtschwefels in Pflanzengewebe. Intern.J.EnvIRON. Anal. Chem. 4: 275-284.

Wir danken dem Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung für die Bereitstellung eines leistungsfähigen Spektralphotometers.

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mitteilungen der forstlichen Bundes-Versuchsanstalt Wien](#)

Jahr/Year: 1981

Band/Volume: [137_1_1981](#)

Autor(en)/Author(s): Gressler Sabine, Likussar W., Huber H., Grill Dieter

Artikel/Article: [Die photometrische Bestimmung von Schwefel, Flurid und Chlorid - ein Verfahren zur Diagnose von Abgasbelastungen 73-75](#)