NOTWENDIGKEIT UND VORTEILE DER AUFBEREITUNG VON BODEN- UND LAGERSTÄTTENTONEN (Kurzfassung)

H. Tributh

Institut für Bodenkunde und Bodenerhaltung der Justus-Liebig-Universität Gießen, Wiesenstraße 3-5, D-6300 Gießen

Abstract

Soil clays can only be analyzed when carbonates and humic materials are decomposed and when iron oxides are removed. The decisive steps are shortly discussed. Stable colloidal solutions suitable for fractionation are obtained by dialysis and adjusting pH to about 8 without any addition of dispersing agents.

Partition in subfractions $<2\ \mu m$ is very valuable for investigation of clay minerals and the prerequisite for the evaluation of clay development in soils.

Zusammenfassung

Bodentone können nur zuverlässig analysiert werden, wenn Carbonate, Huminstoffe und Eisenoxide entfernt worden sind. Die wichtigsten Stufen der Vorbehandlung werden kurz diskutiert. Stabile kolloidale Lösungen werden erhalten, wenn die Proben dialysiert und die Dispersion dann auf pH $\approx$ 8 eingestellt wird. Dispersionsmittel sind in keiner Weise erforderlich.

Die Aufteilung in Subfraktionen $<2\ \mu m$ ist für die tonmineralogische Untersuchung besonders wertvoll und zur Beurteilung der Tonmineralentwicklung in Böden unerläßlich.

1 Einleitung

Die röntgenographische Bestimmung von Tonmineralen, insbesondere in Böden, erfordert eine Aufbereitung. Geeignete Labormethoden zur Entfernung der Carbonate, Oxide und Humussubstanzen sind von TRIBUTH und LAGALY (1986a) beschrieben worden.

Die Bestimmung der Tonminerale kann darüber hinaus wesentlich verbessert werden, wenn durch die Aufteilung der Tonfraktion $<2\ \mu m$ Subfraktionen z.B. von 2-0,2 μm (Grobton), von 0,2-0,02 μm (Mittelton) und $<0{,}02\ \mu m$ (Feinton) gewonnen werden.

Die experimentellen Verfahren der Sedimentation im Schwere- und Zentrifugenfeld sowie die Aufteilung in einzelne Fraktionen werden von TRIBUTH und LAGALY (1986b) ausführlich beschrieben.

Es sollen deshalb nachfolgend nur die wesentlichsten Punkte kurz herausgestellt und durch einige Abbildungen ergänzt werden.

2 Notwendigkeit der Aufbereitung

Die Notwendigkeit einer Vorbehandlung läßt sich am eindrucksvollsten am Einfluß der Entfernung der Eisenoxide bei Bodentonen zeigen. Wie die Röntgendiagramme (Abb. 1) erkennen lassen, sind bei der unbehandelten Probe die Röntgen-Interferenzen nicht auswertbar. Auch nach der Humuszerstörung ist eine Aufweitung durch Glycerin nicht erkennbar. Erst nachdem die Eisenoxide entfernt wurden, treten deutliche Peaks auf, die auch bei Bodentonen eine eindeutige Auswertung ermöglichen. Eine Fraktionierung nach der Teilchengröße ist überhaupt nur dann fehlerfrei möglich, wenn Kittsubstanzen und Überzüge, die vorwiegend aus Humus und Eisenoxiden bestehen, zerstört bzw. entfernt werden.

3 Durchführung der Vorbehandlung

3.1 Zerstörung der Carbonate

1) Zugabe verdünnter (1:3) HCl unter pH-Kontrolle, bis der pH-Wert konstant bei 4,5 bleibt.

2) Bei hohem Carbonatgehalt empfiehlt es sich, zunächst einen 2 M Natriumacetat-Essigsäurepuffer (pH = 4,8) zuzugeben und dann bis zum Endpunkt mit HCl zu titrieren.

3.2 Humuszerstörung (Oxidation mit Wasserstoffperoxid)

1) Erste Zugabe von 50 ml H_2O_2 (10 % für 15-20 g), ohne zu erwärmen.

2) Wenn die Schaumbildung nachläßt, werden die Suspensionen auf 60-70 °C erwärmt und mit weiteren 50 ml H_2O_2 (10 %) versetzt.

3) So lange wiederholen, bis keine Reaktion mehr sichtbar ist. Mittlere Dauer 2 Tage; am 1. Tag 4x50 ml H_2O_2 (10 %) und am 2. Tag 2x50 ml bis zum Mittag. Den Rest des Tages bei der Temperatur halten und auf unter 200 ml eindampfen.

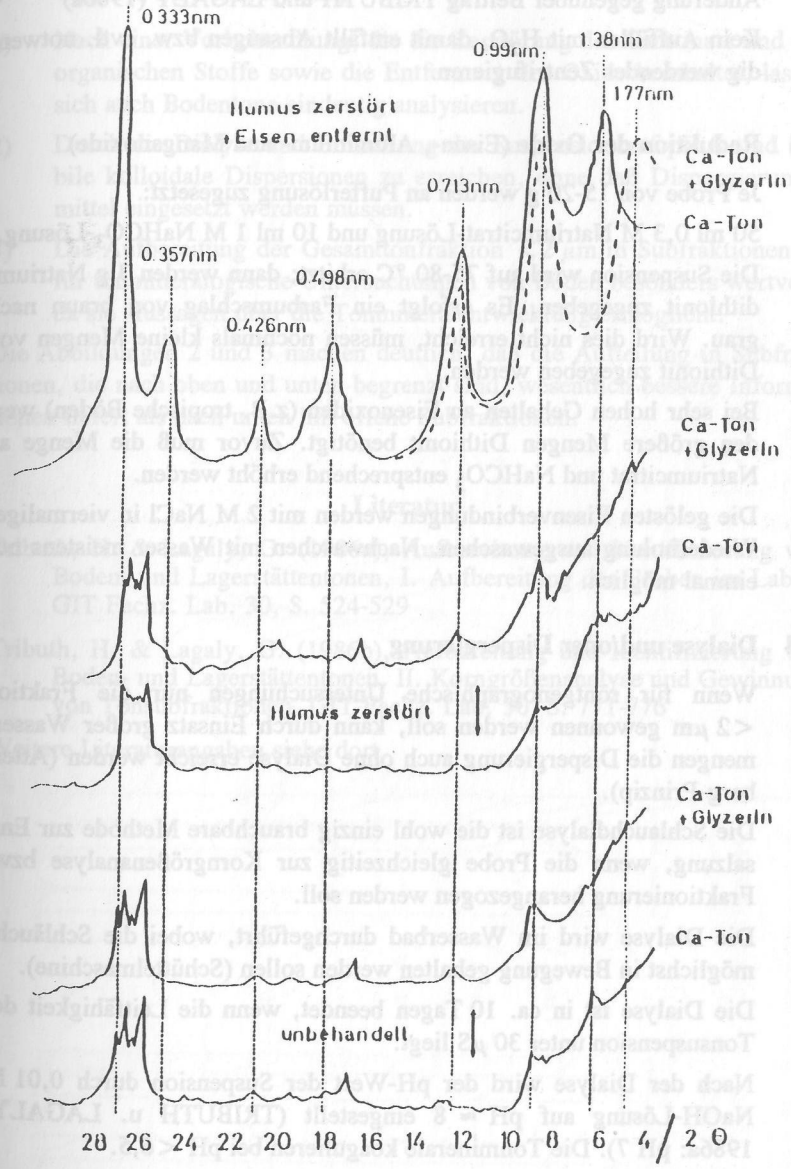

Abbildung 1: Einfluß der Vorbehandlung auf die Intensität der Röntgeninterferenzen (Tonfraktion <2 μm)

4) Änderung gegenüber Beitrag TRIBUTH und LAGALY (1986a)
Kein Auffüllen mit H_2O, damit entfällt Absaugen bzw. evtl. notwendig werdendes Zentrifugieren.

3.3 Reduktion der Oxide (Eisen-, Aluminium- und Manganoxide)

1) Je Probe von 15-20 g werden an Pufferlösung zugesetzt:
50 ml 0,3 M Natriumcitrat-Lösung und 10 ml 1 M $NaHCO_3$-Lösung.
2) Die Suspension wird auf 75-80 °C erhitzt; dann werden 3 g Natriumdithionit zugegeben. Es erfolgt ein Farbumschlag von braun nach grau. Wird dies nicht erreicht, müssen nochmals kleine Mengen von Dithionit zugegeben werden.
3) Bei sehr hohen Gehalten an Eisenoxiden (z.B. tropische Böden) werden größere Mengen Dithionit benötigt. Zuvor muß die Menge an Natriumcitrat und $NaHCO_3$ entsprechend erhöht werden.
4) Die gelösten Eisenverbindungen werden mit 2 M NaCl in viermaliger Wiederholung ausgewaschen. Nachwaschen mit Wasser meistens nur einmal möglich.

3.4 Dialyse und/oder Dispergierung

1) Wenn für röntgenographische Untersuchungen nur die Fraktion $<2\ \mu m$ gewonnen werden soll, kann durch Einsatz großer Wassermengen die Dispergierung auch ohne Dialyse erreicht werden (Atterberg-Prinzip).
2) Die Schlauchdialyse ist die wohl einzig brauchbare Methode zur Entsalzung, wenn die Probe gleichzeitig zur Korngrößenanalyse bzw. Fraktionierung herangezogen werden soll.
3) Die Dialyse wird im Wasserbad durchgeführt, wobei die Schläuche möglichst in Bewegung gehalten werden sollen (Schüttelmaschine).
Die Dialyse ist in ca. 10 Tagen beendet, wenn die Leitfähigkeit der Tonsuspension unter 30 μS liegt.
4) Nach der Dialyse wird der pH-Wert der Suspension durch 0,01 M NaOH-Lösung auf pH $\approx$ 8 eingestellt (TRIBUTH u. LAGALY, 1986a: pH 7). Die Tonminerale koagulieren bei pH $<6,5$.

4 Vorteile der Aufbereitung

1) Nach einer Vorbehandlung, die die Zerstörung der Carbonate und der organischen Stoffe sowie die Entfernung der Oxide beinhaltet, lassen sich auch Bodentone eindeutig analysieren.
2) Durch die Dialyse und Einstellung der Suspension auf pH 8 sind stabile kolloidale Dispersionen zu erreichen, ohne daß Dispergierungsmittel eingesetzt werden müssen.
3) Die Aufbereitung der Gesamttonfraktion $<2\ \mu m$ in Subfraktionen ist für tonmineralogische Untersuchungen von Böden besonders wertvoll, da sie Aussagen über die Tonmineralentwicklung ermöglicht.

Die Abbildungen 2 und 3 machen deutlich, daß die Aufteilung in Subfraktionen, die nach oben und unten begrenzt sind, wesentlich bessere Informationen liefert als nach unten hin offene Subfraktionen.

Literatur

Tributh, H. & Lagaly, G. (1986a), Aufbereitung und Identifizierung von Boden- und Lagerstättentonen, I. Aufbereitung der Proben im Labor, GIT Fachz. Lab. 30, S. 524-529

Tributh, H. & Lagaly, G. (1986b), Aufbereitung und Identifizierung von Boden- und Lagerstättentonen. II. Korngrößenanalyse und Gewinnung von Tonsubfraktionen. GIT Fachz. Lab. 30, S. 771-776

Weitere Literaturangaben siehe dort.

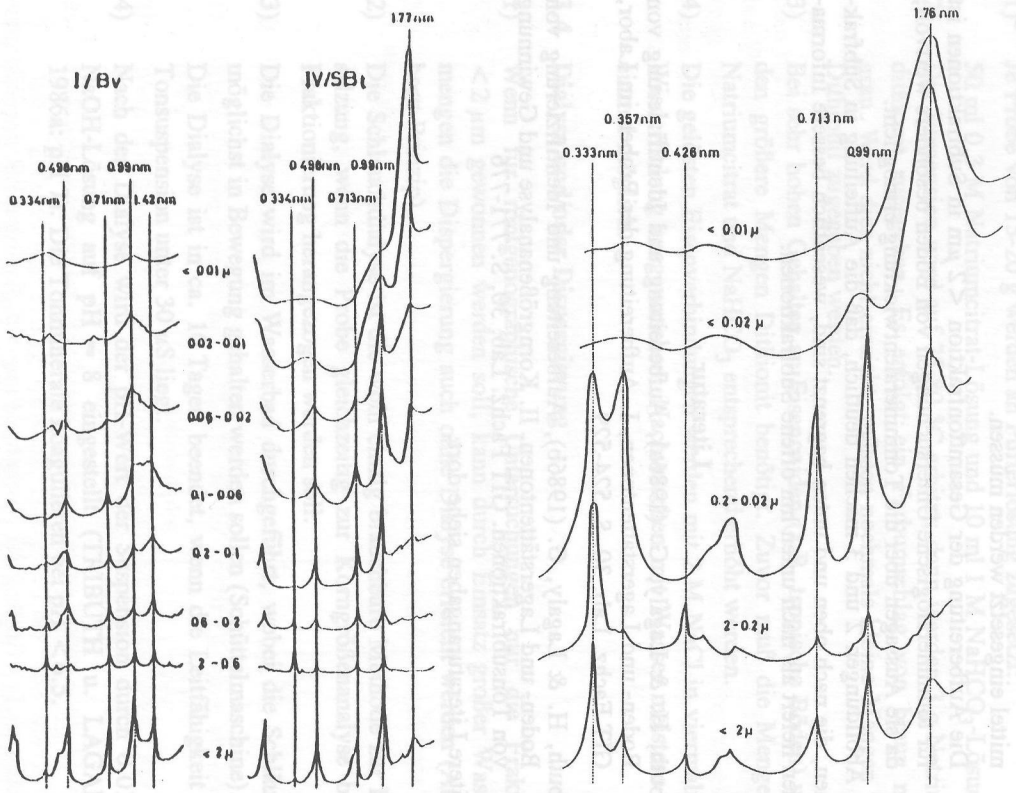

Abbildung 2: Röntgendiagramme von nach oben und unten begrenzten Tonfraktionen

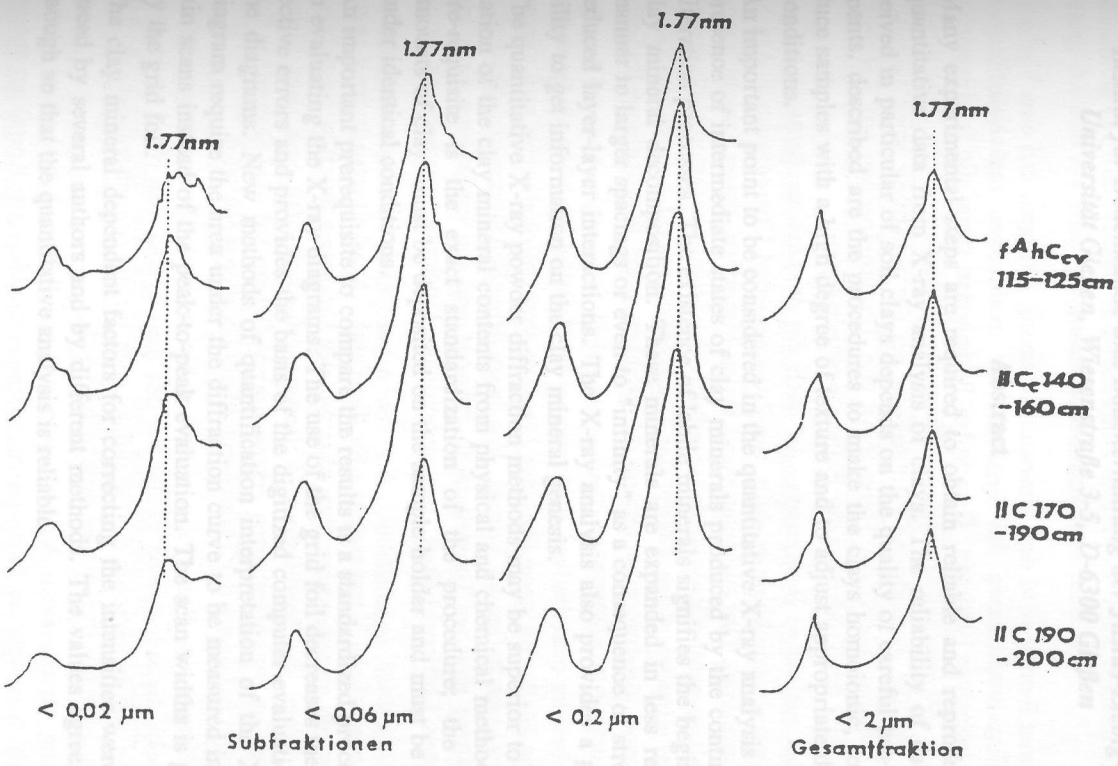

Abbildung 3: Röntgendiagramme von nach unten nicht begrenzten Tonfraktionen