

Kein Sand in der Sonde

Automatisierte pH-Bestimmung in gärtnerischen Substraten

Um qualitätsgesicherte Analysen von Boden, Wasser oder Saatgut anzubieten, müssen Analytikdienstleister hohe Anstrengungen aufwenden. Automatisierte Analysensysteme zur pH-Bestimmung helfen, die erforderlichen Geschwindigkeiten und Genauigkeiten einzuhalten. HILKE SCHULTE* UND KARSTEN EFFERENN**

Die Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt Nordrhein-Westfalen - LUFA NRW - ist das moderne, unabhängige und hoch spezialisierte Dienstleistungsinstitut für Agrar- und Umweltanalytik der Landwirtschaftskammer Nordrhein-Westfalen. Sie entstand im Zuge der Fusion der Landwirtschaftskammern Rheinland und Westfalen-Lippe am 1. Januar 2004 aus der LUFA Münster und der LUFA Bonn. Die LUFA NRW verfügt über mehr als 130 Jahre Erfahrung im Bereich der landwirtschaftlichen Untersuchung und Forschung. Das bundesweite Angebot umfasst Analy-

sen von Boden, Wasser, Saatgut, Düngemitteln, Kompost, Futtermitteln und Lebensmitteln bis hin zu diagnostischem Material für die Tiergesundheit. Neben den Untersuchungen in den Labors bietet die LUFA eine individuelle Betreuung und Fachberatung mit engem Bezug zu den speziellen Bedürfnissen ihrer Kunden.

Gärtnerische Erden und Substrate untersuchen

Die zu untersuchenden Proben stammen von industriell produzierenden Großkunden, von Gartenbaubetrieben bis hin zu Haus- und Kleingärten von Privatkunden. Als akkreditierte Prüfeinrichtung nach

DIN EN ISO/IEC 17025 der Landwirtschaftskammer Nordrhein-Westfalen bietet die LUFA NRW ein umfangreiches Untersuchungsprogramm an. Die Untersuchung von gärtnerischen Erden und Substraten umfasst neben dem hier detailliert beschriebenen pH-Wert auch Parameter

* DIPL. ING. (FH) H. SCHULTE:
Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt Nordrhein-Westfalen (LUFA), Münster; Spezielle anorganische Analytik (Boden, Kompost), 48147 Münster

** DIPL. ING. (FH) K. EFFERENN:
Deutsche Metrohm GmbH & Co. KG, Abteilung Titration, 70794 Filderstadt

1 Hilke Schulte aus dem Labor „Spezielle anorganische Analytik (Boden, Kompost)“ am tiemo-gesteuerten pH-Messsystem.





2 Sandiger Kleingartenboden (links), torfhaltige Pflanzerde (Mitte) und grobteilige Orchideenerde (rechts)



wie Trockensubstanz, organische Substanz, Gesamtkohlenstoff, C/N-Verhältnis, löslichen Stickstoff, P_2O_5 , K_2O , Mg sowie Salze und Spurenelemente. Grundlage der pH-Wert-Bestimmungen sind die DIN ISO 10390 (Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes), sowie die VDLUFA Methode A 5.1.1 (Bestimmung des pH-Wertes).

Die automatisierte pH-Wert-Bestimmung

Der pH-Wert wird in einer Suspension der Probe gemessen. Die Probe wird hierzu mit 0,01 mol/L Calciumchloridlösung versetzt. Die Messung basiert auf einem festgelegten Verhältnis zwischen Boden bzw. Substrat und der Messlösung. Es werden

40 mL Substrat (ca. 10 g) mit einem Messlöffel abgemessen und in einen 220-mL-Einwegkunststoffbecher eingefüllt. Die Zudosierung der 100 mL Calciumchloridlösung erfolgt automatisch am Probenwechsler. Probenabmessung und -vorbereitung erfolgen am Tage, danach stehen die Proben mindestens 2 h, in der Regel über Nacht (ca. 12 h) und werden in Serie

ONLINE: Mehr zum Thema pH-Messung finden Sie auf laborpraxis.de über InfoClick 3233426.

EVENTS: Besuchen Sie die Deutsche Metrohm auf der Analytica vom 17. bis 20. April in München. Halle A1, Stand 102

SERVICES: Unter http://www.metrohm.de/Service/Video_Manuals/ finden Sie ein Video-Manual zum Thema „Pflege von Elektroden“.



3 Die spezielle Kalibrierposition für die Messelektrode ist im Vordergrund des weißen Kunststoffblockes zu sehen.

dann am folgenden Arbeitstag vollautomatisch vermessen. Der Start der pH-Messung in Probenserie kann automatisch nach einer beliebig gewünschten Wartezeit erfolgen. Neben der Methode zur Probenvorbereitung sind im Tiamo-gesteuerten pH-Messsystem von Metrohm auch die notwendigen Methoden für pH-Kalibrierung, sowie pH-Kontrollmessung hinterlegt, die zu beliebigen Zeiten zu Beginn oder innerhalb einer Probenserie aufgerufen werden können. Das System ist täglich im Einsatz und bearbeitet im Normalfall 30 bis 60 Proben, in Ausnahmefällen auch bis zu 100 Proben am Tag. Pro Jahr werden auf diese Weise ca. 7000 Einzelproben im Labor „Spezielle anorganische Analytik (Boden, Kompost)“ der LUFA NRW bestimmt.

Im Einzelnen setzt sich das pH-Messsystem aus den folgenden Komponenten zusammen (s. Abb. 1):

- Steuer- und Auswertesoftware Tiamo;
- Robotic Sample Processor 815, abnehmbares Probenrack 28 x 220 mL;
- pH-Modul 867 mit Flachmembran-pH-Elektrode;
- Dosinos 800 für diverse Liquid Handling Operationen (CaCl₂-Zugabe, Puffer, Aufbewahrungslösung);
- Externe Position für Reinigung, Kalibrierung und Kontrolle des Sensors;
- Modifizierte Rührergeometrie.

Aufgrund der Bandbreite des anfallenden Probenmaterials ergeben sich für die Automatisierung besondere Gesichtspunkte. Vom sandigen Kleingartenboden (s. Abb. 2, links) über torfhaltige Pflanzerde (s. Abb. 2, Mitte) bis hin zur grobteiligen Orchideenerde (s. Abb. 2, rechts) reicht das vielseitige in der LUFA untersuchte Probenspektrum.

Speziell entwickelte externe Spül- und Kalibrierstation

pH-Sensor und Rührer werden bei den Messungen stark mit Substratpartikeln verunreinigt. Insbesondere in Sachen Reproduzierbarkeit, Robustheit und Zuverlässigkeit sind daher für die automatisierte pH-Wert-Bestimmung hohe Anforderungen zu erfüllen. Zur effizienten Reinigung wird eine von Metrohm speziell auf die Bedürfnisse abgestimmte Modifikation beim Spülen verwendet (s. Abb. 3). Die modifizierte Spülstation beinhaltet zusätzlich noch eine spezielle Kalibrierposition für die Messelektrode. Die pH-Kalibrierung, die pH-Kontrollmessung und das Dosieren von Aufbewahrungslösung für die pH-Elektrode sind jederzeit flexibel und vollautomatisch durchführbar. Die hierzu notwendigen vier Lösungen werden mit nur zwei Dosierern vom Typ Dosino 800 mit Vier-Port-Technik transferiert. Ei-

ne optimierte Messgeometrie an der Kalibrierposition ermöglicht gleichzeitig den sparsamen und vollautomatischen Umgang mit den Lösungen.

Titration und mehr – die Steuer- und Auswertesoftware

Die erforderlichen und zum Teil komplexen Abläufe der Automation werden durch die Tiamo-Steuerung einfach realisiert. Die Resultate werden sehr übersichtlich in Tabellenform dargestellt. Ob spezielle Kundenproben, Elektrodenkalibrierungen oder Kontrollmessungen – mithilfe von Filterfunktionen ist der Fokus schnell auf das Wesentliche gesetzt. Jeder Datensatz enthält rückführbar alle relevanten Informationen bereit, bis hin zur kompletten Methode, mit der die Messung durchgeführt wurde. Kontrollkarten zeigen zudem langfristige Veränderungen einzelner Resultate. So sind frühzeitig Trends, z.B. bei den Elektrodenkennwerten erkennbar und notwendige Maßnahmen können frühzeitig in Betracht gezogen werden.

Geräteentwicklung und Anwendung Hand in Hand

Im Rahmen der Entwicklung des automatisierten pH-Messsystems folgte nach Abschluss der Probenbearbeitung durch die Applikationsspezialisten im Applikationslabor der Deutschen Metrohm und ersten Anpassungen die Erprobung unter realen Bedingungen im Labor der LUFA in Münster. Eng begleitet durch den vor Ort zuständigen Produktspezialisten im Produktbereich Automation/Titration. Die Abläufe konnten im Zusammenspiel mit den Anwendern weiter optimiert werden. Nach dem positiv verlaufenen Praxistest wurde das Gesamtsystem Ende 2010 von der LUFA übernommen und ist seitdem unverzichtbarer Bestandteil in der Routineanalytik der LUFA. ■

LP-TIPP ■ pH von partikelhaltigen Proben

Stark partikelhaltige Proben wie Boden- oder Substratproben stellen im Rahmen von automatisierten pH-Wert-Messungen besondere Anforderungen an pH-Sensor und Rührer, da beide stark durch die Substratpartikel verunreinigt werden. Eine effiziente Reinigung ist daher wichtig, um Reproduzierbarkeit, Robustheit und Zuverlässigkeit der pH-Wert-Bestimmung zu gewährleisten. Das vorgestellte Messsystem enthält eine modifizierte Spülstation, die zusätzlich noch eine spezielle Kalibrierposition für die Messelektrode beinhaltet. So sind die pH-Kalibrierung, die pH-Kontrollmessung und das Dosieren von Aufbewahrungslösung für die pH-Elektrode jederzeit flexibel und vollautomatisch durchführbar.