

Schnelle Bestimmung von Makronährstoffen und Spurenelementen in Fermenterproben Erhöhung der Produktivität von Biogas-Anlagen

Ulf Sengutta

CEM GmbH

Problemstellung

Die Abläufe in einer Biogasanlage erfolgen in mehreren Schritten. Beginnend mit der Vermischung der Einsatzstoffe (Substrate) mit dem flüssigen Fermenterinhalt, der Homogenisierung der zugeführten Biomasse, werden verschiedene enzymatische und hydrolytische Vorgänge aktiviert, die den Abbau von polymerer Zellsubstanz durch Mikroorganismen ermöglichen. Nach mehreren weiteren Abbauschritten erfolgt als letzte Stufe die Methangasproduktion durch die methanogenen Archaeen (Methanbildner).

Die an diesen Vorgängen beteiligten Mikroorganismen benötigen zur Aufrechterhaltung des Stoffwechsels und zur eigenen Vermehrung zunächst einmal Nährstoffe, die so genannten Makronährstoffe. Diese sind: Wasserstoff (H), Kohlenstoff (C), Stickstoff (N), Sauerstoff (O), Phosphor (P) und Schwefel (S). Daneben ist eine ausreichende Verfügbarkeit von z.B. Natrium (Na), Kalium (K), Kalzium (Ca), Eisen (Fe) und Magnesium (Mg) für die Mikroorganismen von großer Bedeutung.

Als essentielle Spurenelemente im Biogasreaktor gelten u.a. Nickel (Ni), Kobalt (Co), Molybdän (Mo) und Selen (Se). Aber auch

andere Metalle, wie z.B. Kupfer (Cu), Zink (Zn), Mangan (Mn), Wolfram (W) oder Vanadium (V) und Nichtmetalle wie z.B. Bor (B) können im Stoffwechsel mancher Mikroorganismen limitierend wirken, was eventuell auch den Stoffumsatz in einer Biogasanlage beeinflussen kann.

Eine schnelle Analytik zur Bestimmung der Makroelemente Na, K, Ca, Mg, Fe, P und S und der Spurenelemente B, Co, Cu, Mn, Mo, Ni, Se, V, W und Zn in der Fermentermasse von Biogas-Anlagen erhöht die Produktivität und ermöglicht ein schnelles Eingreifen bzw. Regulieren des Nährstoffhaushaltes.

Motivation

Die schnelle Analytik besteht im Wesentlichen aus drei zeitbestimmenden Arbeitsschritten:

1. Trocknen einer großen inhomogenen Fermenter-Probenmenge
2. Aufschließen mit Mineralsäure zur Herstellung einer homogenen Probenlösung
3. Messung der o. g. Elemente mit einem Spektrometer

Eine schnelle Analytik scheitert bei der Verwendung konventioneller Laborgeräte daran, dass alleine die Trocknung der flüssigen Fer-

menterprobe in einem klassischen Trockenschrank viele Stunden, typischerweise bis zu 10 Stunden dauert. Hinzu kommt der unangenehme Geruch der Probe beim Trocknen. Anschließend wird die getrocknete Probe aufgeschlossen, was wiederum viele Stunden dauert. Es kann also auf gar keinen Fall unmittelbar nach der Probennahme ein aussagekräftiges Ergebnis erhalten werden, was ein schnelles Eingreifen ermöglicht.

CEM stellt hier eine Methode vor, die es dem Betreiber von Biogas Anlagen ermöglicht, in kurzer Zeit – binnen nur einer Stunde – die Makroelemente des Nährstoffhaushaltes und die Spurenelemente zu messen.

Das Prinzip sieht so aus: Die Flüssigprobe wird in einem Mikrowellen-Trockenschrank schnell getrocknet und die getrocknete Probe mit Salpetersäure in einem Mikrowellen-Druckaufschluss System aufgeschlossen. Aufgrund der Flüchtigkeit verschiedener Elemente und Elementverbindungen (z.B. Selen) ist ein Druckaufschluss notwendig. Die Massenkonzentrationen der genannten Elemente in der Aufschlusslösung können mit einem Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) gemessen werden.

Die Lösung

So sieht die schnelle Methode im Detail aus:

1. Trocknen einer großen inhomogenen Fermenter-Probenmenge

10 g der nassen und inhomogenen Fermenterprobe werden in eine Trocknungsschale eingewogen und diese in den Mikrowellen-Trockenschrank SAM 255 gestellt. Die Probe wird bei 105°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Die Trocknung dieser Fermenterproben dauert im Mikrowellen-Trockenschrank typischerweise 15 min. Der Trockenschrank verfügt über eine Temperaturkontrolle und es können viele Proben gleichzeitig getrocknet werden. Zudem verfügt das SAM 255 über ein integriertes Abluftsystem, so dass



keinerlei Gerüche an die Laborumgebung abgegeben werden.

2. Aufschließen mit Mineralsäure zur Herstellung einer homogenen Probenlösung

Von der getrockneten Probe werden 1 g bis 1,5 g in ein Druckaufschlussgefäß des Mikrowellen-Aufschlussgerätes Discover SP-D 80 eingewogen, mit 14 ml Salpetersäure versetzt und bei 200°C der Druckaufschluss durchgeführt. Nach typischerweise 20 min. wird eine wasserklare homogene Aufschlusslösung erhalten.

Aufgrund der exothermen Zersetzungsreaktionen dieser großen organischen Probenmenge ist es von Vorteil, dass das Discover SP-D 80 über ein Rührsystem verfügt. Aufgrund der besseren Durchmischung von Probe mit Säure werden exotherme Druckspitzen vermieden und somit die Arbeitssicherheit erhöht. Besonders geeignet sind TFM gemantelte Rührfische zur Vermeidung von möglichen Kontaminationen durch den Rührfisch.

3. Messung der o. g. Elemente mit einem Spektrometer

Aufgrund der hohen Einwaage beim Aufschluss ist eine hohe Homogenität der Aufschlusslösung von einer heterogenen Probenmatrix gewährleistet. Zudem wird dadurch auch die Bestimmung der Elemente mit nachweisschwächeren spektrometrischen Geräten wie der ICP-OES ermöglicht, die in vielen Laboren vorhanden ist, und es wird keine hochempfindliche ICP-MS benötigt.



Fazit

Durch die schnelle Mikrowellen-Trocknung von Fermenterproben mit anschließendem schnellen Mikrowellen-Druckaufschluss einer großen Probenmenge und die simultanen Bestimmung aller Makro-Nährstoffe und Spurenelemente mittels Spektrometrie in weniger als einer Stunde, wird dem Betreiber von Biogas Anlagen erstmals eine schnelle Überwachung des laufenden Prozesses und gegebenenfalls ein schnelles Eingreifen in diesen ermöglicht.

Weitere Informationen

[Mikrowellen-Trockenschrank SAM](#)

[Mikrowellen Aufschluss](#)