

Pestizidanalytik in Böden – nicht ohne Probenvorbereitung

Retsch GmbH

Der Einsatz von Pestiziden in der Landwirtschaft ermöglicht ausgedehnte Monokulturen und häufig auch substantielle Ertragssteigerungen bei Lebens- und Futtermitteln. Dabei nehmen Nachfrage und Einsatz stetig zu, was zu einer zunehmenden Belastung der Böden führt, da Pestizide Giftstoffe sind. Sie werden in den Böden gespeichert, genau wie ihre Abbauprodukte, und haben dadurch auch Auswirkungen auf Pflanzen- und Tierwelt. Zu den unerwünschten Nebeneffekten zählen Schäden an nützlichen Pflanzen oder Insekten wie z.B. Bienen. Mit dem Wind gelangen Pestizide in unbelastete Bereiche wie biologisch genutzte Anbauflächen. Auch Niederschlag trägt die Chemikalien über ihr ursprüngliches Einsatzgebiet hinaus, so dass sie sich in Gewässern und im Grundwasser wiederfinden. Obwohl in den meisten Fällen die Grenzwerte für einzelne Pestizide und deren Abbauprodukte nicht überschritten werden, ist eine kumulative Wirkung auf Mensch und Tier bisher wenig erforscht. Durch eine mögliche Anreicherung von Pestiziden in der Nahrungskette sind gesundheitliche Schäden nicht auszuschließen, was eine strenge Kontrolle von Böden auf entsprechende Rückstände notwendig macht.

Homogenität der Bodenproben und Analytik

Für die Pestizidanalytik z.B. über HPLC oder GC werden nur einige Milligramm oder Gramm Probe benötigt, die allerdings die gesamte Ausgangsprobe repräsentieren müssen. Je nachdem, aus welchem Teil des Ausgangsmaterials die Analysenprobe entnommen wird, können unterschiedliche Aussagen bezüglich der Zusammensetzung zu Stande kommen. Da Bodenpartikel auch in sich inhomogen sein können besteht die Gefahr, dass Bestandteile des Partikelinneren ohne vorherige Homogenisierung in der Analyse unterrepräsentiert sind. Erst durch die Homogenisierung wird eine gleiche Verteilung aller Eigenschaften der Probe erreicht. Ein Klassiker für die korrekte Probenvorbereitung von Böden und Sedimentproben sind die Kugelmühlen von RETSCH.

Die leistungsstarken Planeten-Kugelmühlen mit 1, 2 oder 4 Mahlstellen erfüllen die hohen

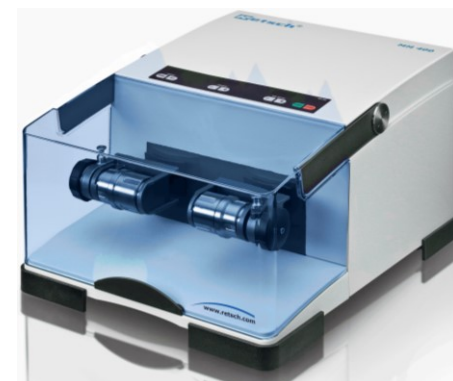
Anforderungen an eine schnelle und reproduzierbare Vermahlung. Die frei wählbaren Mahlparameter, das umfangreiche Sortiment an Mahlbechern sowie zahlreiche Kombinationsmöglichkeiten der Kugelfüllungen (Anzahl und Kugelgröße) ermöglichen eine individuelle Anpassung an die jeweilige Zerkleinerungsaufgabe, was die Mühlen vielseitig einsetzbar macht. Die Mahlbecher sind exzentrisch auf dem Sonnenrad der Planeten-Kugelmühle angeordnet. Das Sonnenrad dreht sich dabei gegenläufig zur Mahlbecherdrehung im Verhältnis 1:-2 (bzw. 1:-1 bei der PM 100 CM). Die Mahlkugeln werden durch diese überlagerte Drehbewegung stark beschleunigt; die Geschwindigkeitsdifferenzen zwischen Kugeln und Mahlbechern führen zu einer Wechselwirkung aus Reib- und Prallkräften, wobei hohe Energien freigesetzt werden. Das Zusammenspiel dieser Kräfte bewirkt den sehr effektiven Zerkleinerungsgrad der Planeten-Kugelmühlen und führt zu sehr kurzen Prozesszeiten. Zur Vermeidung von Materialanbackungen im Mahlbecher verfügen die Planeten-Kugelmühlen über eine optionale Drehrichtungs-Umkehrautomatik.



Planeten-Kugelmühle PM 100

Sollen lediglich kleine Probemengen bis 17 ml homogenisiert werden, bietet sich die

Schwingmühle MM 400 von RETSCH an. Die MM 400 ist ein vielseitiges, kompaktes Tischgerät, welches speziell für die Trocken-, Nass- und Kryogenvermahlung kleiner Probenmengen entwickelt wurde. In dieser Kugelmühle werden zwei Mahlbecher mit bis zu 30 Hz horizontal bewegt, wobei die Mahlkugeln die Probe hauptsächlich durch Prall und Reibung zerkleinern. Schon nach 2 bis 5 Minuten Vermahlung in der MM 400 sind Bodenproben ausreichend homogenisiert.



Schwingmühle MM 400

Fallbeispiele Boden- und Sedimentproben

100 g einer agglomerierten Bodenprobe wurden in der Planeten-Kugelmühle PM 100 CM zerkleinert. Dieses Modell weist ein Drehzahlverhältnis von 1:-1 auf, d. h. der Zerkleinerungsprozess läuft mit einem geringeren Energieeintrag als bei der PM 100 ab und ist dadurch schonender für das Probenmaterial. Anbackungen und Temperaturerhöhungen können so in den meisten Fällen vermieden werden. Die Probe wurde in einem 250 ml Mahlbecher aus Zirkonoxid mit 15 Mahlkugeln à 20 mm aus Zirkonoxid bei 420 min⁻¹ für 3 min vermahlen. Das Ergebnis war eine homogene Probe mit einer Partikelgrößenverteilung von 90% < 0,3 mm, welche anschließend mittels HPLC auf Pestizide analysiert wurde. (Abbildung 1)

100 g einer feuchten Sedimentprobe lassen sich in der Planeten-Kugelmühle PM 100 in einem 250 ml Mahlbecher aus rostfreiem Stahl mit 5 Mahlkugel à 30 mm aus rostfreiem Stahl bei 450 min⁻¹ für 1 min auf eine

Endfeinheit von 90% < 0,4 mm zerkleinern. Dabei treten keine nennenswerten Anbackungen oder Temperaturerhöhungen auf. (Abbildung 2)

Eine kleinere Menge Bodenprobe von 7 g wird in der Schwingmühle MM 400 in einem 50 ml Mahlbecher aus rostfreiem Stahl mit einer 20 mm Mahlkugel aus dem gleichen Material bei 30 Hz in 5 min auf eine Partikelgröße von 90% < 50 µm vermahlen. (Abbildung 3)

Fazit

Mit den Kugelmühlen von RETSCH lassen sich in wenigen Minuten homogene Boden- oder Sedimentproben herstellen, welche reproduzierbare und aussagekräftige Analyseergebnisse, z. B. für den Nachweis von Pestiziden, ermöglichen.

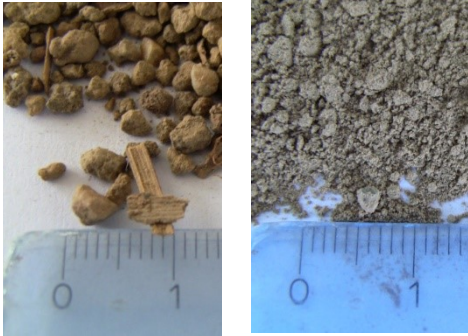


Abb. 3: agglomerierte Bodenprobe vermahlen mit PM 100DM

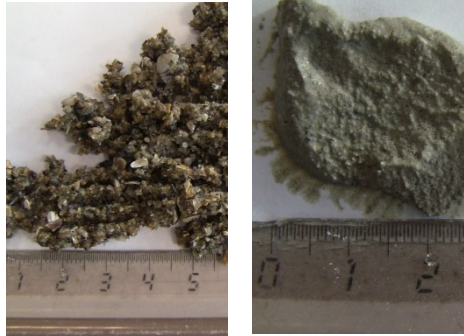


Abb. 1: feuchte Sedimentprobe vermahlen mit PM 100

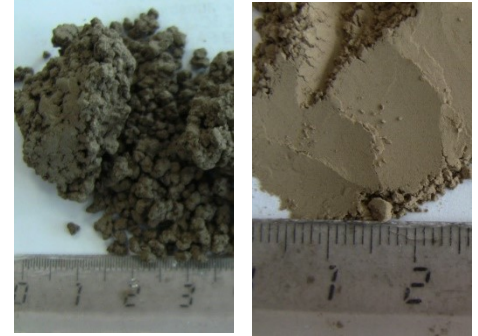


Abb. 2: Bodenprobe vermahlen mit MM 400