

**Photometrische Bestimmung nach Extraktion aus behandeltem Holz****Allgemeine Grundlagen**

Borverbindungen (Borsäure, Borat) werden aus Holzspänen mit Mannitollösung im Ultraschallbad extrahiert und mittels Photometrie mit Azomethin-H gegen Standardlösungen quantifiziert.

Hinweis 1: Das photometrische Verfahren ist in einem Bereich von 0,1- 5 mg Bor / Liter Extrakt anwendbar. Verdünnungen sind daher ggf. zu berücksichtigen.

Hinweis 2: Es sind auch andere Aufschluss- und Analyseverfahren gebräuchlich (z.B. Behr-Aufschluss, ICP-MS, ICP-OES). Bei anderen Aufschluss- und Extraktionsverfahren ist sicher zu stellen, dass keine Borverluste auftreten.

**Reagenzien und Geräte****Reagenzien**

1. Mannitol z.A. (CAS-Nr.69-65-8)
2. Azomethin-H z.A. (CAS-Nr. 5941-07-1)
3. Ascorbinsäure z.A. (CAS-Nr.50-81-7)
4. Borsäure z.A. (CAS-Nr. 10043-35-3)

**Geräte**

5. Labormühle
6. Analysenwaage
7. Ultraschallbad
8. PE-Flaschen 100 ml
9. Messkolben aus Kunststoff
10. Reagenzgläser: Polystyrol
11. Photometer, Wellenlänge 414 nm
12. 0,45 µm PTFE-Spritzenvorsatzfilter einschließlich Einwegspritzen

**Extraktion von Bor aus behandeltem Holz unter Verwendung von Mannitollösung**

Zur Probenahme für Holz siehe DIN EN 212: 2003-09

Das zu untersuchende Holz wird mittels einer Labormühle auf eine Partikelgröße < 2 mm zerkleinert. Etwa 1 g des gemahlten Holzes wird in ein PE-Fläschchen genau eingewogen. (keine Glasgeräte verwenden, da Borsilicate zu Kontaminationen führen können!)

Anschließend 50 ml einer 10%igen wässrigen Mannitollösung zugeben.

Hinweis: „Mannitol zur Borsäurebestimmung“ ist dabei nicht erforderlich, da erheblich preiswertere Arzneibuchqualitäten genügen. Ein Blindwert ist jedoch zu bestimmen.

Die erhaltene Suspension wird für 2 h im Ultraschallbad behandelt. Die Wassertemperatur soll 50 °C nicht übersteigen.

Nach Abkühlen und Absetzen der Holzpartikel wird die Suspension mit einem 0,45 µm PTFE- Membranfilter filtriert oder zentrifugiert. Hierbei ist auf eine ausreichende Spülung zu achten. Bei abweichenden Filtermaterialien ist zu beachten, dass es zu Adsorption von Bor kommen kann.

Der Extrakt kann anschließend direkt zur Analyse entnommen werden. In Abhängigkeit von dem zu erwartenden Gehalt sind die Lösungen gegebenenfalls zu verdünnen.

Hinweise: Der Feuchtegehalt wird parallel an gesondertem Material bestimmt (DIN EN 212). Die Untersuchung von unbehandeltem, naturbelassenem Holz gleicher Art ermöglicht die Bestimmung eines Blindwertes. Daneben ist die Untersuchung von Holz mit definiertem Bor-Gehalt zur Ermittlung einer internen Wiederfindungsrate empfehlenswert.

### Photometrische Bestimmung von Bor im Extrakt

In der Regel muss der Extrakt verdünnt werden, da die Bildung des Mannitkomplexes eine Konkurrenzreaktion zum farbigen Azomethin-Komplex darstellt. Die Farbintensität ist etwa linear um den Faktor 1,5 vermindert. Bei einer Verdünnung von 1:10 oder höher ist kein Einfluss der Mannitlösung mehr messbar.

### Kalibrierung

Mindestens drei Standardlösungen, z. B. mit 1, 2 und 3 ppm Bor werden aus Borsäure (zur Analyse) in Wasser hergestellt. Bei der Messung unverdünnter Extrakte ist der Standard auf der Basis einer 10%igen Mannitlösung herzustellen.

### Farblösung

0,5 g Azomethin-H + 1,5 g Ascorbinsäure werden in einen 100 ml Messkolben eingewogen und dieser mit entionisiertem Wasser aufgefüllt. Die Lösung ist ca. 24 Stunden stabil.

### Probenmessung

Der Extrakt wird mit entionisiertem Wasser 1: 10 verdünnt. Anschließend werden 5 ml entnommen und mit 2 ml Farblösung versetzt. Die Lösung wird 2 Stunden lichtgeschützt stehen gelassen. Die Messung der Proben erfolgt bei 414 nm.

### Alternativ:

Die Bestimmung von Bor im Extrakt kann auch mittels kommerzieller Küvettentests nach Herstellerangaben erfolgen. Das Messprinzip basiert hierbei ebenfalls auf der Reaktion von Borat-Ionen mit Azomethin-H.

### Auswertung

Die Konzentration (c) unbekannter Proben wird gemäß Lambert-Beer-Gesetz bestimmt, wobei E die gemessene Extinktion und f einen mittels Kalibrierstandards ermittelten Faktor darstellt.

$$c = E/f$$

Die Wiederfindungsrate beträgt ca. 95 %.

Hinweis: Zu beachten ist der natürliche Borgehalt, der je nach Holzart in der Regel zwischen 5 bis 20 mg/kg (atro Holz) variiert, in Ausnahmen aber auch höher liegen kann.

**Diese Version des Analysenblattes wurde erstellt durch**

Drescher P., RÜTGERS Organics GmbH, Mannheim  
Fischer M., Institut für Holztechnologie (IHD), Dresden  
Fürhapper Ch., Holzforschung Austria, Wien  
Gunschera J., Fraunhofer-Institut für Holzforschung, Wilhelm-Klauditz-Institut (WKI), Braunschweig  
Hanenkamp H., Bernhard Remmers Institut für Analytik GmbH (BRIfA), Lönigen  
Hellkamp S., Kurt Obermeier GmbH & Co KG, Bad Berleburg  
Hill R., Staatliche Materialprüfungsanstalt Darmstadt, TU Darmstadt  
Klose J., MPA Eberswalde, Materialprüfanstalt Brandenburg GmbH, Eberswalde  
Melcher E., Thünen-Institut für Holzforschung, Hamburg  
Peylo A., Holzlabor, Lauenburg  
Schoknecht U., Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin  
Wegner R., MPA Eberswalde, Materialprüfanstalt Brandenburg GmbH, Eberswalde  
Wilken U., Bernhard Remmers Institut für Analytik GmbH (BRIfA), Lönigen  
Wittenzellner J., BASF Wolman GmbH, Sinzheim  
Wobst M., Materialprüfanstalt für das Bauwesen, Braunschweig



<b>Anhang</b>	<b>Borverbindungen</b>	Stand 01/2020 Seite 5 von 8
---------------	------------------------	--------------------------------

<p><b>Borsäure</b></p> <p>CAS-Nr. : 10043-35-3</p> <p>Summenformel : <math>H_3BO_3</math></p> <p><b>Borax</b></p> <p>CAS-Nr. : 1330-43-4</p> <p>Summenformel : <math>Na_2B_4O_7</math></p>	<p>Ausgangsverbindungen:</p> <p>Borsäure (Orthoborsäure; <math>H_3BO_3</math>)</p> <p>Borax (Dinatriumtetraborat, <math>Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O</math>)</p> <p>Polybor (Natriumpolyborat, Dinatriumoctaborat)</p> <p>Natriumoctaborat; (Gemisch aus Borsäure und Borax)</p>
--	--

### Allgemeine Information

Chemische Bezeichnung	Borsäure
IUPAC	: ---
CA	: ---
Synonyme	: wie oben
Wirkung	: Fungizid, Insektizid
übliche Anwendungskonzentrationen	: 0,5 - 20 % Bor in Holzschutzmittel-Konzentraten  0,1 - 20 % Bor in Anwendungslösungen
Kennzeichnung (Verordnung (EG) Nr. 1272/2008)	: H360FD Signalwort: Gefahr; Gefahrensymbol GHS08

### Chemisch-physikalische Daten

Schmelzpunkt	: nicht definiert wegen Zersetzung
Siedepunkt	: nicht definiert wegen Zersetzung
Dampfdruck	: nicht anwendbar, da $< 10^{-5}$ Pa bei Raumtemperatur
Löslichkeit (g/l)	: 48,37 +/- 0,62 in Wasser (20 °C, pH ~ 3,6)
Stabilität	: hydrolytisch und photolytisch stabil,

Quelle: Assessment Report, Boric acid – Product-type 8 (Wood preservative)

**Literaturangaben**

- Assessment Report, Boric acid – Product-type 8 (Wood preservative) vom 20. Februar 2009.  
<https://echa.europa.eu/documents/10162/2910125a-a159-e3b5-e211-9e70ac473a3f>
- AWPA A65-15: Standard method to determine the amount of boron in treated wood using Azomethine-H or Carminic acid
- DIN 38 405 Teil 17 (1981): Anionen (Gruppe D); Bestimmung von Borat-Ionen (D 17)
- DIN 38 406 Teil 22 (1988) Kationen (Gruppe E); Bestimmung der 33 Elemente Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn und Zr durch Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)
- DIN EN ISO 11885:2009: Wasserbeschaffenheit – Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)
- Hoffmann, H.P.M.; Petrowitz, H.-J. 1976: Über ein neues Verfahren zur Bor-Bestimmung in behandeltem Holz, Material und Organismen 11, 71-76
- Lange, B.; Vejdélek, Z.J. 1980: Photometrische Analyse, Verlag Chemie Weinheim
- Petrowitz, H.-J.; Hoffmann, C. 1992: Potentiometrische Mannit-Borsäure-Titration in Chromat-freien Holzschutzmittelformulierungen, Holz als Roh- und Werkstoff 50, 368
- Peylo, A.; Bornkessel, C.; Härtner, H.; Marx, H.-N.; Melcher, E.; Schoknecht, U.; Schulze, D.; Wilken, U.; Wittenzellner, J.: Bestimmung von Bor aus behandeltem Holz – Extraktion mit Mannit und photometrische Bestimmung. Holz als Roh- und Werkstoff, Berlin 63 (2005), S. 241-242
- Peylo, A. 1993: Borbestimmung im Holz durch Extraktion mit Mannitol, Holz als Roh- und Werkstoff 51, 335-338
- Raue, B.; Brauch, H.-J.; Nölte, J. 1990: Wasseranalytik - Multielementbestimmung in Trink- und Grundwässern mit der sequentiellen ICP-AES, LABO 9, 146
- Rump, H. H.; Krist, H. 1992: Laborhandbuch für die Untersuchung von Wasser, Abwasser und Boden. Verlag Chemie Weinheim
- Schulz, W. O.; Celik, G. 1975: Die maßanalytische Bestimmung von Bor in Gegenwart von Kupfer und sechswertigem Chrom, Holz als Roh- und Werkstoff 33, 74-78
- Thurmann, U. 1999: Erfassung und umwelttoxikologische Bewertung von ausgewählten Holzschutzmittelwirkstoffen in Althölzern, Bremer Umweltinstitut Reihe Umweltwissenschaften Band 2

Ergebnisse von Vergleichsuntersuchungen (siehe Peylo et al. 2005)

Zeitraum: Dezember 2002 bis März 2003

Untersuchungsmaterial: Kiefernspiltholz, mit Borsäurelösung vakuumimprägniert, gemahlen auf 1 – 2 mm

Sollwert: 2,16 g Bor je kg Holz

Tabelle: Übersicht über die Analysenergebnisse

Labor-Nr.	Ergebnis in g/kg
L-1	2,16
L-2	2,13
L-3	1,99
L-4	2,37
L-5	2,47
L-6	2,04
L-7	2,20
L-8	2,01
L-9	2,40
Mittelwert in g/kg	<b>2,20</b>
Mittelwert in % vom Sollwert	<b>102</b>
Standardabweichung in g/kg	0,17
Relative Standardabweichung in %	7,6

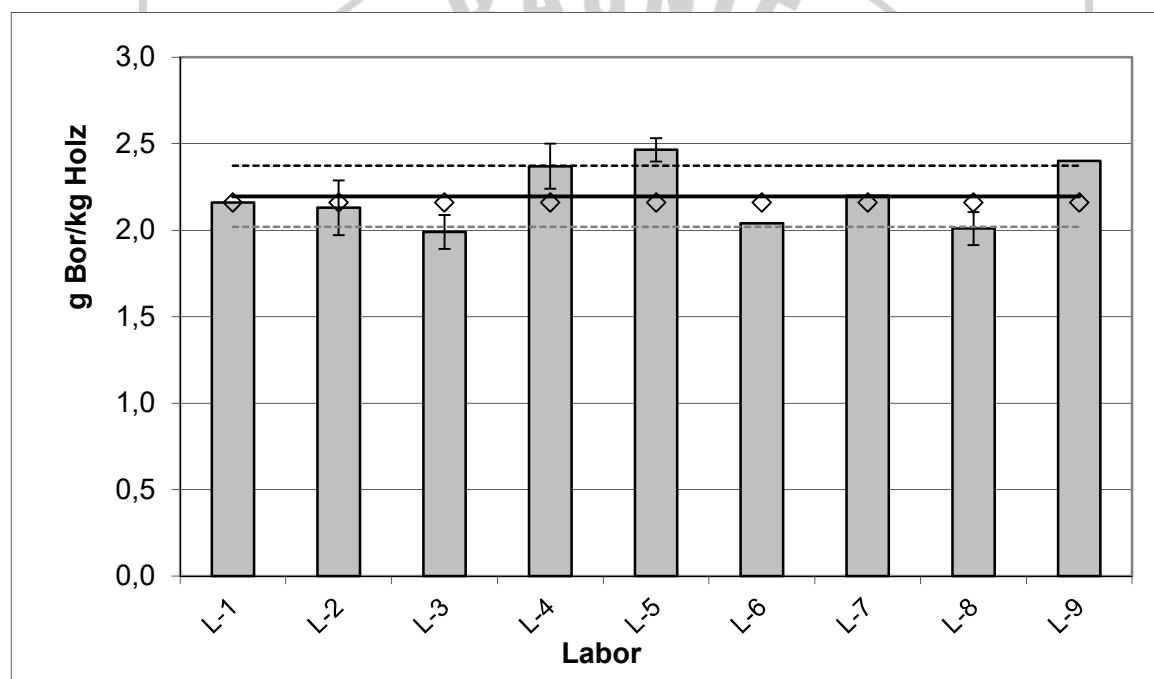


Abbildung: Analysenergebnisse der beteiligten Laboratorien. Die Säulen zeigen die Ergebnisse der einzelnen Laboratorien, die durchgezogene Linie zeigt den Mittelwert aller Ergebnisse, die gestrichelten Linien kennzeichnen die einfache Standardabweichung. Der Sollwert ist mit  $\diamond$  dargestellt.

Die Wiederfindungsrate beträgt 90 - 110 %.

**Teilnehmer\***

Bornkessel C: MPA Eberswalde, Materialprüfanstalt Brandenburg GmbH, Eberswalde

Härtner H: Rütgers Organics GmbH, Mannheim

Melcher E: Thünen-Institut für Holzforschung, Hamburg

Peylo A: ö. b. u. v. Sachverständiger für Holzschutz, Holzlabor Lauenburg

Schoknecht U: Bundesanstalt für Materialforschung u. -prüfung (BAM), Berlin

Schulze D: Materialprüfanstalt für das Bauwesen, TU Braunschweig

Schwarz G: Sachverständigenbüro Marx, Bühl

Wilken U: Bernhard Remmers Institut für Analytik GmbH, Lönningen

Wobst M: Materialprüfanstalt für das Bauwesen, TU Braunschweig

\* Die Firmenbezeichnungen wurden aktualisiert.

