

**Deutsche
Demokratische
Republik**

CHEMISCHE BODENUNTERSUCHUNG
Bestimmung des in Flußsäure
aufschließbaren
Ca, Mg, K, P, Fe und Al

TGL

25418/18

Gruppe 940400

Химическое исследование почв

Определение Ca, Mg, K, P, Fe,
и Al растворимых в Фтористо-
водородной кислоте

Chemical Soil Testing

Determination of Ca, Mg, K, P, Fe
and Al desintegrated by Hydro-
fluoric Acid

Deskriptoren: Bodenuntersuchung; Chemische Methode; Kalzium;
Magnesium; Kalium; Phosphor; Eisen; Aluminium

Verbindlich ab 1. 7. 1974

1. PROBENAHME

nach TGL 25418/01

2. PROBENVORBEREITUNG

nach TGL 25418/02

3. PRÜFMITTEL

3.1. Geräte

Platinschalen 15 ml

Platindraht

Polyäthylendose 25 cm x 13 cm x 8 cm

Meßkolben 50 ml, 100 ml, 250 ml, 1000 ml TGL 21637

Trichter TGL 40-306/02

Vollpipetten 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml TGL 11992

Meßpipetten 1 ml TGL 11990

Dosiergerät 10 ml

Sandbad, elektrisch beheizt

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Verantwortlich/bestätigt: 28. 2. 1974, Akademie der Landwirtschafts-
wissenschaften der DDR, Berlin

Achatmörsermühle

Flammenfotometer, z.B. Typ III vom VEB Carl Zeiss Jena

Atomabsorptionsspektralphotometer, z.B. modifizierter Typ NOI 3 oder NOI 4 vom VEB Statron

Spektralphotometer, z.B. Spekol vom VEB Carl Zeiss Jena, mit Extinktionsmeßansatz EK 5 und Zusatzverstärker

3.2. Reagenzien

3.2.1. Aufschluß

Flußsäure, z.A., 40%ig

Schwefelsäure, z.A., 98%ig

Salzsäure, z.A., 37%ig

3.2.2. Bestimmung von Kalzium und Magnesium

Strontiumchlorid 5%ige Lösung

Kalziumkarbonat, z.A.

Magnesiumband

3.2.3. Bestimmung von Kalium

Kaliumchlorid, z.A.

3.2.4. Bestimmung von Phosphor

Schwefelsäure 8 N

Ammoniummolybdat $[(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4 H_2O]$, 1,44%ige Lösung

Ascorbinsäure 2,5%ig, vor Gebrauch frisch ansetzen

Kaliumdihydrogenphosphat, z.A.

3.2.5. Bestimmung von Eisen

o-Phenanthrolinlösung:

0,12 g o-Phenanthrolinhydrochlorid-monohydrat sind in 100 ml bidestilliertem Wasser unter Erwärmung zu lösen und bei etwa 0 °C aufzubewahren.

Hydroxylaminlösung:

10 g Hydroxylaminhydrochlorid $NH_2OH \cdot HCl$ gelöst in 100 ml bidestilliertem Wasser.

Salzsäure, z.A.:

1 Teil konzentrierte Salzsäure + 9 Teile bidestilliertes Wasser.

Ammoniak, z.A., etwa 25%ig

Eisen-III-oxid, Urtitersubstanz nach BRANDT

3.2.6. Bestimmung von Aluminium

Kaliumaluminiumsulfat, z.A.

Thioglykolsäurelösung:

0,4 ml Thioglykolsäure, 25 ml Äthylalkohol auf 100 ml mit bidestilliertem Wasser aufgefüllt.

Phenolphthalein

Natronlauge, z.A., 1%ige Lösung

Salzsäure, z.A., 1 N

Eriochromcyaninlösung von pH 2,5; 1%ige:

1 g Farbstoff ist in einem 1000-ml-Meßkolben unter Zugabe von 6 ml 1 N Salzsäure mit bidestilliertem Wasser zu 1 l aufzufüllen.

Azetatpufferlösung pH 6:

54,8 g Ammoniumazetat, z.A., 21,8 g Natriumazetat, z.A., und 1,2 ml Eisessig sind in bidestilliertem Wasser zu lösen, zum Liter zu verdünnen und durch Zugabe von Ammoniak auf pH 6 einzustellen.

4. DURCHFÜHRUNG DER PRÜFUNG

Jede Probe ist doppelt anzusetzen.

4.1. Aufschluß

Von der im Achatmörser gut zermahlene Bodenprobe ist $1 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ in eine Platinschale einzuwägen und bei 500°C 2 1/2 h im Muffelofen zu glühen. Nach dem Erkalten ist eine Rückwaage vorzunehmen und die ermittelte Masse zu notieren. Zu dem geglühten Boden sind 7 Tropfen Wasser, 10 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure und 10 bis 15 ml 40%ige Flußsäure zuzugeben und mit einem dünnen Platindraht umzurühren. Die Schalen sind dann in einer gut verschlossenen Polyäthylendose über Nacht stehenzulassen. Danach ist auf einem elektrischen Sandbad die Flüssigkeit einzudampfen, nochmals 10 ml Flußsäure zuzugeben und abzuranchen, bis keine weißen Schwefelsäurenebel mehr auftreten. Es darf keinesfalls geglüht werden. Zum Rückstand sind 2 Tropfen Wasser und 4 Tropfen konzentrierte Schwefelsäure zuzugeben und bis zum Verschwinden der weißen Dämpfe zu erwärmen. Unter Zugabe von 10 ml halbkonzentrierter Salzsäure ist schwach

zu erwärmen und die Lösung in 250-ml-Meßkolben übersuspülen. Nach Zusatz von etwa 50 ml Wasser ist einige Minuten zu kochen, bis die Lösung klar ist und nach dem Erkalten aufzufüllen.

4.2. Bestimmung

4.2.1. Kalzium

20 ml der Aufschlußlösung sind in 50-ml-Meßkolben zu pipettieren, mit 10 ml 5%iger Strontiumchlorid-Lösung zu versetzen, mit Wasser auf 50 ml aufzufüllen und gegen eine Eichlösung am Atomabsorptionsspektralphotometer zu messen.

4.2.2. Magnesium

10 ml der Aufschlußlösung sind in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren, mit 20 ml 5%iger Strontiumchlorid-Lösung zu versetzen, mit Wasser aufzufüllen und gegen eine Eichlösung am Atomabsorptionsmeßgerät zu messen.

4.2.3. Kalium

Das Kalium ist in der Aufschlußlösung gegen eine Eichlösung am Flammenfotometer zu messen. Vor dem Messen ist das Kalzium mit Ammoniumoxalat zu fällen.

4.2.4. Phosphor

25 ml Aufschlußlösung sind in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren, mit 10 ml 8 N Schwefelsäure und 10 ml Ammoniummolybdatlösung zu versetzen und mit bidestilliertem Wasser auf etwa 80 ml aufzufüllen. Danach sind 2 ml Ascorbinsäurelösung zuzugeben, gut zu durchmischen und im Trockenschrank 1 h bei 95 °C zu erhitzen.

Die Messung ist am Spekol in Küvetten mit Schichtdicken von 2 bis 5 cm, vorzugsweise 5 cm, bei 665 nm gegen eine Blindlösung vorzunehmen. Die gemessenen Extinktionen müssen zwischen 0,05 und 0,80 liegen.

4.2.5. Eisen

1 bis 2 ml der Aufschlußlösung sind in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren, mit 1 ml Salzsäure, 2 ml Hydroxylaminlösung zu versetzen und umzuschütteln. Nach 2 min sind 5 ml o-Phenanthrolinlösung und 1 ml Ammoniak hinzuzufügen, gut umzuschütteln und mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen.

Die Messung ist am Spekol in Küvetten mit Schichtdicken von 1 bis 2 cm, vorzugsweise 1 cm, bei 490 nm gegen eine Blindlösung vorzunehmen. Die gemessenen Extinktionen müssen zwischen 0,05 und 0,80 liegen.

4.2.6. Aluminium

0,5 bis 1,0 ml der Aufschlußlösung sind in 250-ml-Meßkolben zu pipettieren, mit 10 ml 0,5%iger Thioglykolsäurelösung zu versetzen. Nach Zugabe von 2 Tropfen Phenolphthalein ist die Lösung mit 1%iger Natronlauge bis zur schwachen Rotfärbung zu versetzen und 0,7 ml 1 N Salzsäure zuzugeben. 5 ml 1%ige Eriochromcyaninlösung und 25 ml Azetatpufferlösung sind nacheinander langsam und unter Schütteln zuzugeben und mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen. Die Messung muß sofort erfolgen. Sie ist am Spekol in einer Küvette mit der Schichtdicke von 1 cm bei 530 nm gegen eine Blindlösung durchzuführen. Die gemessenen Extinktionen müssen zwischen 0,08 und 0,90 liegen.

5. AUSWERTUNG DER PRÜFUNG

5.1. Aufstellung der Eichkurve

5.1.1. Kalzium

0,2497 g Kalziumkarbonat sind in einem 1000-ml-Meßkolben in bidestilliertem Wasser unter Zugabe von 10 ml konzentrierter Salzsäure zu lösen und mit bidestilliertem Wasser zum Liter aufzufüllen. Die Lösung enthält 0,1 mg Kalzium je ml. Für eine Eichreihe sind 0; 5; 10; 15 und 20 ml entsprechend einer Konzentration von 0; 0,5; 1,0; 1,5 und 2,0 mg Kalzium unter Zugabe von 20 ml 5%iger Strontiumchloridlösung in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren und mit Wasser aufzufüllen. Die Meßwerte sind graphisch gegen die Ca-Konzentrationen aufzutragen.

Bei der Berechnung der Gesamtgehalte der Elemente Ca, Mg, K, P, Fe und Al im Boden sind die Analoganzeigen der Meßgeräte mit Hilfe von Eichkurven oder Eichfaktoren auszuwerten.

5.1.2. Magnesium

0,1000 g Magnesium sind in 10 ml konzentrierter Salzsäure zu lösen und in einem 1000-ml-Meßkolben mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen. 25 ml dieser Lösung sind in 250-ml-Meßkolben zu pipettieren und mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen. Die Lösung enthält 10 mg Mg je l.

Für eine Eichreihe sind 0; 5; 10; 15 und 20 ml entsprechend einer Konzentration von 0; 50; 100; 150 und 200 µg Magnesium in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren und unter Zugabe von 20 ml 5%iger Strontiumchloridlösung mit Wasser aufzufüllen. Die Meßwerte sind graphisch gegen die Mg-Konzentrationen aufzutragen.

5.1.3. Kalium

1,9068 g Kaliumchlorid sind in einem 1000-ml-Meßkolben unter Zugabe von 10 ml konzentrierter Salzsäure mit bidestilliertem Wasser zum Liter zu lösen. Die Lösung enthält 1 mg Kalium je ml. Für eine Eichreihe sind 2; 4; 6; 8 und 10 ml der Stammlösung entsprechend einer Konzentration von 2; 4; 6; 8 und 10 mg Kalium in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren und mit Wasser aufzufüllen. Für die Eichkurve sind die für die einzelnen Eichlösungen abgelesenen Skalenwerte gegen den Gehalt an Kalium in mg graphisch aufzutragen.

5.1.4. Phosphor

0,4390 g Kaliumhydrogenphosphat sind in einem 1000-ml-Meßkolben mit bidestilliertem Wasser zum Liter zu lösen. Davon sind 100 ml auf 1000 ml mit bidestilliertem Wasser zu verdünnen, so daß 1 ml 0,010 mg P enthält. Für die Eichreihe sind 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 und 6,0 ml entsprechend einer Konzentration von 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040 und 0,060 mg P in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren und weiter wie die Aufschlußlösung zu behandeln. Eine Blindlösung ist mit anzusetzen.

5.1.5. Eisen

1,451 g Eisen-III-oxid sind in einem 1000-ml-Meßkolben mit 10 ml Salzsäure und bidestilliertem Wasser zu lösen und bis zur Marke aufzufüllen. Davon sind 50 ml abzunehmen und zum Liter zu verdünnen. 1 ml dieser Lösung enthält 0,050 mg Fe. Von dieser Lösung sind 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 und 10 ml entsprechend einer Konzentration von 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,150 und 0,500 mg Fe in 100-ml-Meßkolben zu pipettieren und weiter wie die Aufschlußlösung zu behandeln. Eine Blindlösung ist mit anzusetzen.

5.1.6. Aluminium

8,794 g Kaliumaluminiumsulfat sind in einem 1000-ml-Meßkolben in bidestilliertem Wasser zu lösen und aufzufüllen. 20 ml dieser Lösung sind unter Zusatz von 10 ml konzentrierter Schwefelsäure auf 1 l aufzufüllen.

10 mg Al je l = 0,01 mg Al je ml. Für die Eichreihe sind 1; 2; 5; 7; 10 und 15 ml entsprechend einer Konzentration von 0,010; 0,020; 0,050; 0,070; 0,100 und 0,150 mg Al in 200-ml-Meßkolben zu pipettieren und weiter wie die Aufschlußlösung zu behandeln. Eine Blindlösung ist mit anzusetzen.

5.2. Ergebnis und zulässige Abweichungen

Als Ergebnis ist der arithmetische Mittelwert zweier Bestimmungen in % auf 2 Dezimalen anzugeben, z.B. Gesamtgehalt an Ca = 0,70 %.

Bei Doppelbestimmungen dürfen die Abweichungen vom Mittelwert folgende Werte nicht überschreiten:

Element	Ca	Mg	K	P	Fe	Al
Abweichung in %	± 0,10	± 0,05	± 0,15	± 0,002	± 0,20	± 1,00

6. PRÜFPROTOKOLL

Die Ergebnisse sind in Attestform zu erfassen.

Hinweise

Im vorliegenden Standard ist auf folgende Standards Bezug genommen:

TGL 11990	Meßmittel aus Glas; Meßpipetten
TGL 11992	Meßmittel aus Glas; Vollpipetten
TGL 21637	Volumen-Meßgeräte aus Glas; Meßkolben, Meßflaschen
TGL 25418/01	Bodenfruchtbarkeit; Chemische Bodenuntersuchungsmethoden für Serienanalysen; Entnahme von Bodenproben
TGL 25418/02	-;-; Probenvorbereitung
TGL 40-306/02	Laborgeräte aus Glas; Einfülltrichter; Abmessungen