

	Chemische Bodenuntersuchung Bestimmung des dithionit-, oxalat- und EDTA-löslichen Eisens	 25418/20 Gruppe 940400
---	---	---

Химические исследования почв; Определение железа, растворимого в гипосульфите, соли щавелевой кислоты и соли этилендиаминтетрауксусной кислоты

Chemical Soil Testing; Determination of Iron Soluble in Hyposulphite, Oxalata and Ethylendiamine Tetraacetate

Deskriptoren: Bodenuntersuchung; Chemische Methode; löslicher Eisengehalt

Umfang 3 Seiten

Verantwortlich/bestätigt: 30.4.1987, Akademie der Landwirtschaftswissenschaften der DDR, Berlin

Verbindlich ab 1.3.1988

1. PROBENAHMEN

nach TGL 24300/12

2. PROBENVORBEREITUNG

nach TGL 25418/02

3. PRÜFMITTEL — REAGENZIEN

3.1. Eisenbestimmung

- Ammoniumacetat ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$), 5 mol/l (5M)
- Salzsäure (HCl), z.A., konz., 6M, 1M und 0,5M Lösung
- Hydroxylaminhydrochlorid ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$), 5%ige Lösung
- o-Phenantrolinhydrochlorid ($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$), z.A., 1%ige Lösung
Anmerkung: Haltbarkeit ohne Kühlung begrenzt
- Eisen(III)-oxid (Fe_2O_3), z.A.

3.2. Extraktion — dithionitlösliches Eisen

- Natriumcitrat ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), z.A., 0,3M Lösung
- Natriumhydrogencarbonat (NaHCO_3), z.A., 1M Lösung
- Natriumdithionit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$), z.A.
- Natriumchlorid (NaCl), z.A., gesättigte Lösung

3.3. Extraktion — oxalatlösliches Eisen

3 l 0,2M Lösung aus Ammoniumoxalat $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$, z.A. sind mit 2 l 0,25M Oxalsäure $[(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$, z.A., zu mischen. Die Extraktionslösung ist unter Verwendung von Ammoniaklösung (NH_4OH), z.A., oder Oxalsäure auf pH 3,0 einzustellen.

3.4. Extraktion — EDTA-lösliches Eisen

- EDTA 0,05M Lösung:
74,6g KCl und 18,6g Chelaplex III ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{H}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) in destilliertem Wasser auf 1 l auffüllen
- EDTA 0,02M Lösung:
10 ml 0,05M EDTA-Lösung und 15 ml 1M KCl-Lösung

4. DURCHFÜHRUNG DER PRÜFUNG

4.1. Allgemeines

Nachfolgend wird die photometrische Eisenbestimmung festgelegt. Als Alternative ist die Bestimmung mittels Atomabsorptionsspektrometrie zulässig.

4.2. Dithionitlösliches Eisen

4.2.1. Extraktion

1,0g lufttrockener Feinboden ist in einem 50-ml-Zentrifugenglas mit 40ml Natriumcitratlösung und 5ml Natriumhydrogencarbonatlösung zu versetzen und in einem Wasserbad auf $80^\circ\text{C} \pm 2\text{K}$ zu erhitzen. 1g festes Natriumdithionit ist unter starkem Rühren zuzugeben. Die Temperatur ist 15 min bei 80°C zu halten, dabei ist zeitweise zu rühren. Danach ist die Lösung durch Zentrifugation abzutrennen und in einen 250-ml-Kolben zu dekantieren. Anschließend ist die Extraktion zu wiederholen und der zweite zum ersten Extrakt zu geben. Der Boden ist noch zweimal mit etwa je 10ml gesättigter Natriumchloridlösung zu waschen und die Waschlösungen zu den Extrakten zu gießen, 5ml 6M Salzsäure zuzugeben und mit destilliertem Wasser auf 250ml aufzufüllen.

4.2.2. Bestimmung

Von dem Bodenextrakt sind 2,0ml in einen 100-ml-Meßkolben zu geben, mit 5ml 0,5M Salzsäure und 2ml Hydroxylaminhydrochlorid-Lösung zu versetzen und 40min stehenzulassen. Danach sind 5ml Ammoniumacetat-Lösung und 1ml o-Phenantrolinhydrochlorid-Lösung zuzugeben, 30min stehenzulassen und mit destilliertem Wasser auf 100ml aufzufüllen. Die Messung ist am Spektralphotometer bei 510nm gegen eine Blindlösung vorzunehmen.

4.3. Oxalatlösliches Eisen

4.3.1. Extraktion

1,0g lufttrockener Feinboden, bei sandigen Böden 5,0g, sind in geeigneten Gefäßen, z.B. 250-ml-PE-Flaschen, mit 50ml Extraktionslösung zu versetzen und zu schütteln. Die optimale Schüttelzeit und Frequenz oder Umdrehung sind an Standardproben zu ermitteln.

Als Richtwert bei Verwendung von Rotationsschüttelmaschinen und 250-ml-PE-Flaschen gelten 2 h bei 30 bis 40 min⁻¹.

Die Suspension ist in einen 250-ml-Meßkolben zu überführen, mit destilliertem Wasser aufzufüllen und gut umzuschütteln. Anschließend ist der Extrakt durch Filtration, Zentrifugation oder sorgfältiges Dekantieren vom Boden zu trennen.

4.3.2. Bestimmung

Von dem Bodenextrakt sind 1,0 ml, bei geringen Eisengehalten maximal 5,0 ml, in einen 25-ml-Meßkolben zu pipettieren, 0,5 ml 1 M Salzsäure und 2 ml Hydroxylaminhydrochlorid-Lösung hinzuzufügen, 40 min stehenzulassen, mit 2 ml Ammoniumacetat-Lösung und 1 ml o-Phenantrolinhydrochlorid-Lösung zu versetzen. Danach sind die Proben 30 min auf 90 bis 100°C zu erhitzen. Nach dem Abkühlen ist mit destilliertem Wasser auf 25 ml aufzufüllen.

Die Messung ist am Spektralphotometer bei 510 nm gegen eine Blindlösung vorzunehmen.

4.4. EDTA-lösliches Eisen

4.4.1. Extraktion

1,0 g lufttrockener Feinboden ist in ein 150-ml-Becherglas einzuwägen. Es sind 10 ml einer 0,05 M EDTA-Lösung zuzugeben, 3 min zu kochen, abzukühlen und in einen 25-ml-Meßkolben zu filtrieren, mit 10 ml 1 M KCl-Lösung nachzuwaschen und mit destilliertem Wasser aufzufüllen.

4.4.2. Bestimmung

Von dem Bodenextrakt sind 2,0 ml, von hellen Böden 5,0 ml, zu entnehmen und in einen 100-ml-Meßkolben zu pipettieren, 5 ml 0,5 M Salzsäure und 2 ml Hydroxylaminhydrochlorid-Lösung zuzugeben und 40 min stehenzulassen. Danach sind 5 ml Ammoniumacetat-Lösung und 1 ml o-Phenantrolinhydrochlorid zuzugeben, kräftig zu schütteln, 30 min stehenzulassen und mit destilliertem Wasser auf 100 ml aufzufüllen.

Die Messung ist im Spektralphotometer bei 510 nm gegen eine Blindlösung vorzunehmen.

5. AUSWERTUNG DER PRÜFUNG

5.1. Dithionitlösliches Eisen

5.1.1. Kalibrierung

1,4297 g Fe₂O₃ sind in einen 1000-ml-Meßkolben zu geben, mit 10 ml konz. Salzsäure und destilliertem Wasser zum Liter zu lösen. 1 ml enthält 1 mg Fe.

Von dieser Lösung sind 5,0; 10,0; 20,0 und 30,0 ml Fe in ein 250-ml-Becherglas zu pipettieren, mit je 80 ml 0,3 M Natriumcitrat- und Natriumhydrogencarbonatlösung zu versetzen und auf 80°C zu erhitzen. Anschließend sind 2 g festes Natriumdithionit unter starkem Rühren zuzugeben, 15 min bei 80°C zu halten, mit 20 ml gesättigter Natriumchloridlösung und 5 ml 6 M Salzsäure zu versetzen, in 250-ml-Meßkolben zu überführen und mit destilliertem Wasser aufzufüllen.

Ein entsprechendes Probenvolumen, vorzugsweise 2,0 ml, ist wie der Bodenextrakt weiter zu behandeln.

Die Meßergebnisse sind graphisch darzustellen.

5.1.2. Ermittlung des Blindwertes

Der Blindwert ist wie die Vergleichsreihe, nur ohne Zugabe von Fe-Lösung zu ermitteln.

5.1.3. Berechnung

$$\text{Fe in \%} = \frac{K \cdot V_g \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot E \cdot (100 - \text{BF})}$$

K aus der Kalibrierkurve abgelesene Konzentration in mg Fe/100 ml

V zur Bestimmung nach Abschnitt 4.2.2. verwendetes Probenvolumen in ml

V_g Gesamtvolumen nach Probenextraktion in ml, in der Regel 250 ml

BF Bodenfeuchte in %

E Einwaage in mg

5.4.1. Ergebnis

Das Ergebnis ist in % mit maximal 2 Dezimalstellen anzugeben, z.B. Gehalt an dithionitlöslichem Fe = 1,52%.

5.2. Oxalatlösliches Eisen

5.2.1. Kalibrierung

1,4297 g Fe₂O₃ sind in einem 1000-ml-Meßkolben mit 10 ml konz. Salzsäure und destilliertem Wasser zum Liter zu lösen. Davon sind 50 ml abzunehmen und 1 l aufzufüllen. 1 ml dieser Lösung enthält 0,050 mg Fe.

Von dieser Lösung sind 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 und 6,0 ml in 25-ml-Meßkolben abzupipettieren und wie der Bodenextrakt weiter zu behandeln.

Die Meßergebnisse der Vergleichsreihe sind graphisch gegen die Fe-Konzentration aufzutragen.

5.2.2. Ermittlung des Blindwertes

Anstelle der Bodensuspension ist das entsprechende Volumen Extraktionslösung zu schütteln und nach Abschnitt 4.3.1. aufzuarbeiten.

Der Blindwert ist doppelt anzusetzen.

5.2.3. Berechnung

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ in \%} = \frac{K \cdot 35,8 \cdot 100}{V \cdot E \cdot (100 - \text{BF})}$$

K aus der Kalibrierkurve abgelesene Konzentration in mg Fe/25 ml

V zur Bestimmung nach Abschnitt 4.3.2. verwendetes Probenvolumen in ml

E Einwaage in g

BF Bodenfeuchte in %

$$\text{Fe} = \text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 0,6994$$

5.2.4. Ergebnis

Das Ergebnis ist mit maximal 2 Dezimalstellen anzugeben, z.B. Gehalt an oxalatlöslichem Fe = 0,30%.

5.3. EDTA-lösliches Eisen

5.3.1. Kalibrierung

1,4297 g Fe₂O₃ sind in einen 1000-ml-Meßkolben zu geben und mit 10 ml konz. Salzsäure und destilliertem Wasser zum Liter zu lösen. Davon sind 100 ml abzunehmen und auf 1 l aufzufüllen. 1 ml dieser Lösung enthält 0,1 mg Fe.

Von dieser Lösung sind 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 und 8,0 ml in 100-ml-Meßkolben abpipettieren, mit 5 ml 0,02 M EDTA-Lösung zu versetzen und weiter wie der Bodenextrakt zu behandeln.

Die Meßergebnisse sind graphisch darzustellen.

5.3.2. Ermittlung des Blindwertes

10 ml Extraktionslösung sind nach Abschnitt 4.4.1. und 4.4.2. zu behandeln.

5.3.3. Berechnung

$$\text{Fe in \%} = \frac{K \cdot V_g \cdot 100 \cdot 100}{V \cdot E \cdot (100 - BF)}$$

K aus der Kalibrierkurve abgelesene Konzentration in mg Fe/100 ml

V zur Bestimmung nach Abschnitt 4.4.2. verwendetes Probenvolumen in ml

V_g Gesamtvolumen nach Probenextraktion in ml, in der Regel 25 ml

E Einwaage in mg

BF Bodenfeuchte in %

5.3.4. Ergebnis

Das Ergebnis ist in % mit maximal 2 Dezimalstellen anzugeben, z. B. Gehalt an EDTA-löslichem Fe = 0,15%.

5.4. Zulässige Prüffehler

Die Reproduzierbarkeit der Methoden soll bei s% < 7 liegen. Abweichungen vom Mittelwert dürfen bei Doppelbestimmungen für $\bar{x} > 0,1\% \pm 10\%$ relativ nicht überschreiten. Die Richtigkeit der Ergebnisse ist an Hand von Standardproben zu überprüfen.

Hinweise

Ersatz für TGL 25418/20 Ausg. 8.73

Änderungen: Titel geändert, Untertitel gestrichen, inhaltlich aktualisiert und präzisiert.

Im vorliegenden Standard ist auf folgende Standards Bezug genommen:

TGL 24300/12 und TGL 25418/02

Anleitung zur Bestimmung der Verockerungsneigung

Forschungszentrum für Bodenfruchtbarkeit Müncheberg, Bereich Bodenkunde/Fernerkundung Eberswalde, 1986