

Deutsche Demokratische Republik	CHEMISCHE BODENUNTERSUCHUNG Bestimmung des Gehaltes an organischer Substanz	TGL 25418/04 Gruppe 940400
<u>ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВЫ</u> Определение содержания органического вещества	<u>Chemical Soil Testing</u> Determination of Organic Matter Content	
Deskriptoren: <u>Bodenuntersuchung</u> ; <u>Chemisches Verf</u> ; Kohlenstoff		
<p style="text-align: right;">Verbindlich ab 1. 1. 1976</p>		
<p style="text-align: center;">Dieser Standard gilt für die Bestimmung des Kohlen- stoffs in karbonatfreien und karbonathaltigen Böden.</p>		
<p>1. PROBENAHM</p>		
<p>nach TGL 25418/01</p>		
<p>2. PROBENVORBEREITUNG</p>		
<p>nach TGL 25418/02</p>		
<p>3. PRÜFMITTEL</p>		
<p>3.1. Geräte</p>		
<p>3.1.1. für die Bestimmung in karbonatfreiem Boden</p>		
<p>Verbrennungsaggregat, Sauerstoffflasche mit Reduzierventil</p>		
<p>Gasreinigung, bestehend aus einer Waschflasche mit konzentrierter Kali- lauge, einem U-Röhr mit Natronkalk und einer zweiten Waschflasche mit konzentrierter Schwefelsäure</p>		
<p>Verbrennungsröhr aus Quarz</p>		
<p>Einführungstab mit Haken für Schiffchen</p>		
<p>Pyrolanschiffchen mit Öse zum Einhaken</p>		
<p>C-Verbrennungsofen</p>		
<p>Regeltransformator zum Einstellen der Verbrennungstemperatur</p>		
<p style="text-align: right;">Fortsetzung Seite 2 bis 6</p>		
<p>Verantwortlich/bestätigt: 29. 5. 1975, Akademie der Landwirtschafts- wissenschaften der DDR, Berlin</p>		

Thermoelement Pt - Pt/Rh und Ablesegalvanometer

PVC-Schlauch

C-Bestimmungsapparat des VEB Glaswerke Ilmenau, bestehend aus:

Trockenröhrchen mit Watte

Schlangenkühler, mit Wasser gefüllt, ohne Durchlauf

Dreiweghahn zur Verbindung von Gasmeßbürette, Kühler und Absorptionsgefäß

Gasmeßbürette mit Thermometer und verschiebbarer Skala

Niveaugefäß mit Sperrflüssigkeit

Absorptionsgefäß

Stativ

C-Korrektionstabelle

Bei Proben, die einen Schwefelgehalt von mehr als 5 % ihres Kohlenstoffgehaltes aufweisen, ist zwischen Verbrennungsrohr und Gasmeßbürette eine mit 15%igem Wasserstoffperoxid oder mit Chromschwefelsäure beschickte Waschflasche einzufügen.

3.1.2. für die Bestimmung in karbonathaltigem Boden

Erlenmeyerkolben 300 ml

Meßkolben 100 und 1000 ml

Meßzylinder 50 ml

Bürette mit Schellbachstreifen 50 ml

Trockenschrank, z. B. WS 983 vom VEB Labortechnik Ilmenau

3.2. Reagenzien

3.2.1. für die Bestimmung in karbonatfreiem Boden

Sauerstoff

Kalilauge konzentriert

Schwefelsäure konzentriert

Natronkalk

Sperrflüssigkeit:

mit Schwefelsäure angesäuerte und mit Methylrot angefärbte etwa 20%ige

Kochsalzlösung

Absorptionsflüssigkeit: 30%ige Kalilauge

3.2.2. für die Bestimmung in karbonathaltigem Boden

Chromschwefelsäurelösung 0,4 N:

19,61 g gemörsertes, getrocknetes Kaliumdichromat sind in 50 ml heißem entionisiertem Wasser zu lösen und mit konzentrierter Schwefelsäure unter Kühlung auf 1 l aufzufüllen.

Ammoniumeisen(II)-sulfatlösung 0,2 N:

78,44 g Ammoniumeisensulfat sind in 300 ml entionisiertem Wasser, das 20 ml konzentrierte Schwefelsäure enthält, zu lösen und auf 1 l aufzufüllen.

Phenylanthranilsäurelösung:

0,2 g Phenylanthranilsäure sind in 100 ml 0,2%iger Natriumkarbonatlösung mit einem elektrischen Rührgerät zu lösen.

4. DURCHFÜHRUNG DER PRÜFUNG

Jede Probe ist doppelt anzusetzen.

4.1. Bestimmung in karbonatfreiem Boden

Zusätzlich sind Böden mit bekannten Gehalten in der Serie mit zu untersuchen. Je nach Gehalt an organischer Substanz sind auf einer Feinwaage 1000 oder 500 mg Boden, Korngröße $< 0,5$ mm, abzuwägen und in einem Pyrolanschiffchen über die ganze Länge zu verteilen. Nach Einschieben des Schiffchens in das Verbrennungsrohr und Öffnen der vorher mit Sperrflüssigkeit gefüllten Gasmeßbürette ist die Substanz bei einer Temperatur von 850°C im Sauerstoffstrom zu verbrennen. Der Sauerstoffstrom ist so einzuregulieren, daß nach etwa 2,5 min die Sperrflüssigkeit in der Meßbürette die Nullmarke der Skala erreicht hat. Die Sauerstoffzufuhr ist zu unterbrechen und das Schiffchen aus dem Verbrennungsrohr zu entfernen. Nach Drehen des Dreiweghahnes ist das in der Gasmeßbürette befindliche Gasgemisch in die Absorptionsflüssigkeit zu drücken. Zur Vervollständigung des Absorptionsvorganges ist das Gas in die Gasmeßbürette zurückzusaugen, erneut zur Absorption in die Kalilauge zu drücken und wieder in die Gasmeßbürette zu überführen. Nach etwa 30 s ist der C-Gehalt bei Niveaugleichheit in Gasmeßbürette und Niveaugefäß abzulesen.

4.2. Bestimmung in karbonathaltigem Boden

Es sind zwei Blindwerte anzusetzen. Je nach Gehalt an organischer Substanz sind auf einer Feinwaage 0,25, 0,10 oder 0,05 g feingemahlener Boden, Korngröße $< 0,5$ mm, in 300-ml-Erlenmeyerkolben einzuwägen, mit 20 ml 0,4 N Chromschwefelsäure zu versetzen und mit Uhrglas bedeckt im Trockenschrank so zu erhitzen, daß eine Temperatur von 155°C in 20 bis 25 min erreicht ist. Die Temperatur ist weitere 5 min bei 155 bis 165°C zu halten. Danach ist im Wasserbecken abzukühlen, die Proben mit entionisiertem Wasser auf etwa 100 ml zu verdünnen, mit 5 Tropfen Phenylanthranilsäure zu versetzen und mit 0,2 N Ammoniumeisen(II)-sulfatlösung bis zum Umschlagpunkt über blau nach grün zu titrieren.

5. AUSWERTUNG DER PRÜFUNG

5.1. Karbonatfreier Boden

5.1.1. Berechnung

Die Gasmeßbürettenskala ist in Prozent Kohlenstoff geeicht, bezogen auf eine Einwaage von 1 g, eine Temperatur von 16°C und einen Luftdruck von 760 Torr.

Luftdruck und Temperatur sind mit Hilfe der mit der Apparatur gelieferten Umrechnungstabelle zu korrigieren. Dieser Korrekturfaktor ist mit dem an der Gasmeßbürettenskala abgelesenen Wert zu multiplizieren und durch die Einwaage zu dividieren. Die Berechnung ist nach folgender Formel durchzuführen:

$$\text{Kohlenstoff in \%} = \frac{b \cdot f}{a}$$

b = Skalenwert

f = Korrekturfaktor

a = Einwaage

Organische Substanz in % = Kohlenstoff $\cdot 1,72$

5.1.2. Ergebnis

Als Ergebnis ist bei Doppelbestimmungen der arithmetische Mittelwert, bei Einfachbestimmungen der erhaltene Wert auf zwei Dezimalen genau an-

zugeben, z. B. Gehalt der organischen Substanz im Boden nach TGL 25418/04: 3,4 %.

5.2. Karbonathaltiger Boden

5.2.1. Berechnung

Die Berechnung ist nach Jackson wie folgt durchzuführen:

organische Substanz in % = $20 \cdot (1-b/a) \cdot 0,92$

Kohlenstoff in % = $20 \cdot (1-b/a) \cdot 0,533$

a = Verbrauch an Ammoniumeisen(II)-sulfatlösung für die Bodenprobe in ml

b = Verbrauch an Ammoniumeisen(II)-sulfatlösung für die Blindprobe in ml

0,92 = empirischer Faktor, der sich aus folgendem Produkt ergibt:

$$0,4 \cdot \frac{12}{4000} \cdot \frac{1,72}{0,90} \cdot \frac{100}{0,25} = 0,92$$

0,4 = Normalität der Chromsäure

12 = Atommasse des Kohlenstoffes

0,25 = Probeneinwaage in g

4 = Valenzänderung des Kohlenstoffes

1,72 = Umrechnungsfaktor von Kohlenstoff auf organische Substanz

0,90 = Faktor, der die Tatsache berücksichtigt, daß nur 90 % der organischen Substanz durch eine 0,4 N Chromschwefelsäure unter den gegebenen Bedingungen oxidiert werden

Diese Berechnung gilt für die Einwaage von 0,25 g

Bei 0,10 g Einwaage ist mit 2,5 und bei 0,05 g Einwaage mit 5 zu multiplizieren.

5.2.2. Ergebnis und zulässige Abweichung

Als Ergebnis ist der arithmetische Mittelwert zweier Bestimmungen in %

in zwei Dezimalen anzugeben, z. B. Gehalt an organischer Substanz im Boden nach TGL 25418/04: 2,58 %.

Bei Doppelbestimmungen dürfen die Abweichungen vom Mittelwert

bis 10 % \pm 5 % relativ und

> 10 % \pm 1 % relativ

betragen.

6. PRÜFUNGS PROTOKOLL

Das Ergebnis ist in Attestform zu erfassen.

Hinweise

Ersatz für TGL 80-25418/04 Ausg. 12.70

Änderungen gegenüber TGL 80-25418/04:

Aufnahme der Methode zur Bestimmung des Gehaltes an organischer Substanz in karbonathaltigem Boden; redaktionell überarbeitet.

Im vorliegenden Standard ist auf folgende Standards Bezug genommen:

TGL 25418/01 Bodenfruchtbarkeit; Chemische Bodenuntersuchungsmethoden für Serienanalysen; Entnahme von Bodenproben

TGL 25418/02 --; --; Probenvorbereitung