



SIS - Standardiseringskommissionen i Sverige

Handläggande organ

SIS-STG

SVENSK STANDARD SS 02 83 10

Fastställt

1993-05-12

Utgåva

1

Sida

1 (7)

SIS FASTSTÄLLER OCH UTGER SVENSK STANDARD SAMT SÄLJER NATIONELLA OCH INTERNATIONELLA STANDARDPUBLIKATIONER ©

Markundersökningar — Extraktion och bestämning av fosfor, kalium, kalcium, magnesium och natrium ur jord med ammoniumlaktat/ättiksyralösning (AL-metoden)

Soil analysis — Extraction and determination of phosphorous, potassium, calcium, magnesium and sodium from soils with ammonium lactate/acetic acid solution

Innehåll

- 1 Omfattning och tillämpning
 - 2 Referenser
 - 3 Princip
 - 4 Kemikalier och lösningar
 - 5 Utrustning
 - 6 Extraktion
 - 7 Mätning
 - 8 Resultatangivelse
 - 9 Rapport
- Bilaga

- 1 Omfattning** Denna standard beskriver en i Sverige vanlig metod att ur jordbruksmark extrahera en löslig fraktion av näringsämnen fosfor, kalium, kalcium, magnesium och natrium.
- 2 Referenser**
- SS 02 81 60 Vattenundersökningar – Metallhalt i vatten – Bestämning med atomabsorptionsspektrofotometri i flamma – Speciella anvisningar för natrium och kalium
- SS 02 81 61 Vattenundersökningar – Metallhalt i vatten – Bestämning med atomabsorptionsspektrofotometri i flamma – Speciella anvisningar för kalcium och magnesium
- Egnér, H., Riehm, H. & Domingo, W.R. 1960. Untersuchungen über die chemische Bodenanalyse als Grundlage für die Beurteilung des Nährstoffzustandes der Böden. II Chemische Extraktionsmethoden zur Phosphor und Kaliumbestimmung. *Kungl lantbruks-högskolans annaler* 26, 199-215.
- Kungl lantbruksstyrelsens kungörelser 1965 Nr 1, 5:24-28
- 3 Princip** Ett jordprov skakas med en lösning av ammoniumlaktat och ättiksyra. Efter filtrering kan näringsämnen fosfor, kalium, kalcium, magnesium och natrium bestämmas i extraktet.

4 Kemikalier och lösningar

4.1 HCl-lösning, 1,00 mol/l

4.2 HCl-lösning, 5,00 mol/l

4.3 NaOH-lösning, 1,00 mol/l

4.4 NaOH-lösning, 0,100 mol/l

4.5 Fenolftaleinindikator, 1 g/l

Lös 0,1 g fenolftalein i 100 ml 95 %-ig etanol, C₂H₅OH.

4.6 Blandindikator

Lös 0,125 g metylenblått i 100 ml 95 %-ig etanol, C₂H₅OH. Lös 0,270 g metylrött i 200 ml 95 %-ig etanol. Blanda lösningarna. Indikatorn är i sur lösning rödviolett, i alkalisk grön och har i omslagpunkten en grågrön ton.

4.7 Ammoniaklösning, *puriss.*, ca 25 %

4.8 Mjölksyralösning, *puriss.* eller *p.a.*, ca 90 %

Eftersom mjölksyra, *puriss.*, av vissa fabrikat innehåller fosfor är det viktigt att kontrollera syrans fosforhalt innan den används.

4.9 Ättiksyra, *puriss.*, ca 96 %

Ställning: Överför ca 1 ml ättiksyra till en vägd 50 ml E-kolv med glaspropp. Väg. Titrera med NaOH (4.3) med fenolftaleinindikator (4.5). Beräkna hur många kg lösning som motsvarar 10 mol ättiksyra – CH₃COOH (ca 2,4 kg).

4.10 Mjölksyralösning, ca 3,8 mol/kg

Blanda 2 liter koncentrerad mjölksyra (4.8) och 4 liter avjoniserat vatten i en 6 liters sättkolv. Hydratisera genom upphettning i värmeskåp till 95-98 °C i 2 dygn. Låt lösningen svalna.

Ställning: Överför ca 1 ml syra till en vägd 50 ml E-kolv med glaspropp. Väg. Titrera med NaOH-lösning (4.4) med fenolftaleinindikator (4.5). Beräkna hur många kg lösning som motsvarar 10 mol mjölksyra (ca 2,6 kg).

4.11 Ammoniaklösning, ca 6,7 mol/kg

Späd 1 del (volym) ammoniaklösning (4.7) med 1 del (volym) avjoniserat vatten (1 + 1).

Ställning: Överför 8,00 ± 0,02 ml HCl-lösning (4.1) till en 50 ml E-kolv med glaspropp. Väg. För över ca 1 ml av ammoniaklösningen, väg ånyo och beräkna vikten tillsatt ammoniaklösning (*a* g). Tillsätt ca 2 droppar blandindikator (4.6) och återtitrera med *V* ml NaOH-lösning (4.4). Avläs byretten på 0,02 ml när och beräkna hur många kg ammoniaklösning (*b*) som innehåller 10 mol ammoniak (ca 1,5 kg), enligt formeln:

$$b = 10 \cdot a / (8 - V \cdot 0,1)$$

Ovan angivna formel är en mätetalsekvation och symbolerna representerar mätetal uttryckta i de angivna enheterna.

4.12 Ammoniumlaktatlösning, stamlösning (1 mol ammoniumlaktat och 4 mol ättiksyra/l)

Lösningen kan framställas på olika sätt. Ett praktiskt sätt att framställa 10 liter lösning är följande:

Tarera en 3 liters sättkolv. Väg in motsvarande 40 mol ättiksyra (4.9) i sättkolven och överför till en 5 liters mätkolv. Spola sättkolven med avjoniserat vatten ett par gånger och överför. Kontrollera sättkolvens tarering och väg in motsvarande 10 mol mjölksyralösning (4.10).

Tarera en 2 liters kolv täckt med ett urglas och fyll på (i dragskåp) ungefär den mängd ammoniaklösning (4.11) som innehåller 10 mol. Täck med urglas och väg. Justera vikten i dragskåp med pipett så att den motsvarar exakt 10 mol. Häll över ammoniaken till ättiksyran i mätkolven (fortfarande i dragskåp). Spola kolven med avjoniserat vatten ett par gånger och överför. Låt stå för kylning till nästa dag.

Späd till märket med avjoniserat vatten. Blanda och överför innehållet i kolven till en 10 liters polyetenflaska. För över mjölksyran i samma mätkolv utan föregående sköljning och späd till märket med avjoniserat vatten. Blanda väl och för över innehållet till polyetenflaskan. Resultatet är 10 liter AL-stamlösning (10 faldigt koncentrerad).

Lösningen är hållbar 1 år vid rumstemperatur. Lämpligt material till förvaringskärl är glas eller kraftig polyeten eller polypropen. (Risk finns för vattenavdunstning genom tunna plastväggar)

Anmärkning 1: Istället för att använda mätkolv kan komponenterna föras samman i en tarerad dunk av polyeten eller polypropen. Späd till beräknad vikt. Lösningens densitet skall vara 1,081. (Tillsätt således vid ovanstående satsstorlek avjoniserat vatten tills innehållet väger 10,81 kg).

Anmärkning 2: Stamlösningen kan också göras enligt Bilaga.

4.13 Extraktionslösning (0,10 mol ammoniumlaktat och 0,40 mol ättiksyra/l), AL-lösning

Späd 1 volym stamlösning (4.12) med vatten till 10 volymer i mätkolv. Lösningens pH skall vara $3,75 \pm 0,05$.

Lösningen är hållbar ca 1 vecka vid förvaring i rena kärl av kemiskt motståndskraftigt glas, polyeten eller jämförligt material.

4.14 Molybdatlösning, ca 0,14 mol/l

Lös 160 g ammoniummolybdat, $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, i 1 liter avjoniserat vatten.

Lösningen är hållbar ett år vid rumstemperatur.

4.15 Molybdatbrukslösning

Blanda 50 ml molybdatlösning (4.14) med 500 ml HCl (4.2) och späd med avjoniserat vatten till 5 liter.

4.16 Tennkloridstamlösning, ca 0,07 mol/l

Lös 30 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ i 500 ml HCl (4.2) och späd med avjoniserat vatten till 2 liter. Lösningen skall vara klar.

4.17 Tennkloridbrukslösning

Späd 1 volym stamlösning (4.16) 10 gånger med vatten i mätkolv. Lösningen är hållbar en arbetsdag.

4.18 Kalium-fosforstamlösning, 125 mg P och 250 mg K/l

Väg in 549 mg kaliumdivätefosfat, KH_2PO_4 och 176 mg kaliumklorid KCl, båda torkade vid 105°C i minst 1 timma, och lös med avjoniserat vatten i en mätkolv. Späd till 1 liter.

4.19 Magnesiumstamlösning, 1000 mg/l

Väg in 1000 mg, med fint sandpapper blankslipat, magnesiumband. Lös under måttlig uppvärmning i 1 liter AL-lösning (4.13).

4.20 Kalciumstamlösning, 1000 mg/l

Lös under måttlig uppvärmning 2,497 g kalciumkarbonat, CaCO_3 , i 1 liter AL-lösning (4.13).

5 Utrustning

5.1 Filtrepapper, lämpliga veckfilter 12,5 cm

Filtreringen skall ge klara extrakt. Använd hårda papper av syratvättad kvalitet. Vid filtrering får papperet medföra ett blindvärde som motsvarar högst 0,2 mg P, 0,2 mg K, 0,5 mg Mg eller 2 mg Ca per 100 g jord.

5.2 Skakmaskin

Maskinen ska vända innevarande kärl upp och ned under varje varv. Varvtalet skall vara högst 35 varv/minut.

- 6 Utförande** Om Na ska bestämmas i extraktet måste extraktionsflaskor syradiskas och sköljas med avjoniserat vatten.
- Väg in $5,0 \pm 0,1$ g lufttorr finjord siktad genom 2 mm sikt och överför till extraktionsflaska (polyetenflaska). Tillsätt 100 ml AL-lösning (4.13) och skaka omedelbart i 90 minuter vid rumstemperatur i skakmaskin (5.2). Filtrera omedelbart genom veckfilter. Kasta det först genomgångna filtratet (2-5 ml). Filtrera på samma sätt genom nytt papper om filtratet visar synbar grumlighet. Allt behöver inte filtreras.
- 7 Mätning** Mätning bör ske samma dag, eller om extraktet förvaras i kyla senast efter 4 dygn. Rumstemperera kylda extrakt före mätning.
- 7.1 Beredning av bruksstandard för kalium och fosfor**
- Tag 2, 6, 10, 20, 40, 60 ml av kaliumfosforstamlösningen (4.18) och överför till 500 ml mätkolvar. Tillsätt 50 ml AL-stamlösning (4.12) till varje kolva och späd till märket med avjoniserat vatten.
- Denna standardserie håller 0,5, 1,5, 2,5, 5, 10, 15 mg fosfor per liter och 1, 3, 5, 10, 20, 30 mg kalium per liter.
- 7.2 Mätning av halten fosfor**
- Tillsätt 25,0 ml molybdatbrukslösning (4.15) till 5 ml AL-extrakt (punkt 6). Skaka. Tillsätt 4,0 ml SnCl_2 -lösning (4.17). Skaka. Vänta 15 till 20 minuter och mät därefter absorbansen i en 10 mm kyvett vid ca 350 nm t ex med hjälp av en fotometer med interferensfilter.
- 7.3 Mätning av halten kalium och natrium**
- Mätning av kalium och natrium görs enligt SS 02 81 60.
- Kaliumhalten kan också mätas med flamfotometer med luft-propan låga.
- 7.4 Mätning av halten kalcium och magnesium**
- Mätning av kalcium och magnesium görs enligt SS 02 81 61.
- 7.5 ICP** Alternativt kan induktivt kopplat plasma, ICP, användas enligt DIN 38406 Teil 22.
- Om ICP används för bestämning av fosfor skall detta anges i rapporten.
- 7.6 Mätserier** Vid mätning av långa serier av prover skall standardserie samt blindprov bestående av AL-lösning införas i mätserien så ofta som erfordras för att garantera mätningens kvalitet. Vid större avvikelser än 4% mellan på varandra följande mätningar av en standardlösning skall resultatet från mellanliggande prov förkastas.
- Kvaliteten i hela förfarandet säkerställs genom att regelbundet föra in ett prov av referensjord som följer hela proceduren.
- 8 Resultatangivelse** Ange resultatet i mg per 100 g lufttorr jord benämnda P-AL, K-AL, Na-AL, Mg-AL och Ca-AL enligt nedan:
- P-AL, K-AL, Mg-AL och Na-AL
- < 1 mg – 1 signifikant siffra
 - 1-9 mg – 2 signifikanta siffror
 - 10-20 mg – 3 signifikanta siffror
 - > 20 mg – 2 signifikanta siffror
- Ca-AL;
- < 10 mg – 1 signifikant siffra
 - 10-99 mg – 2 signifikanta siffror
 - 100-200 mg – 3 signifikanta siffror
 - > 200 mg – 2 signifikanta siffror.

9 Rapport

- a) resultat i mg per 100 g lufttorr jord benämnda respektive P-AL, K-AL, Ca-AL, Mg-AL och Na-AL.
- b) hänvisning till denna standard, SS 02 83 10
- c) avvikelser från standardförfarandet.

A Alternativ beredning av AL-lösning, stamlösning (4.10)

(Denna bilaga är ej del av standarden)

Vid beredning av AL-lösningen, stamlösning, kan man också utgå från ammoniumacetat, ättiksyra och mjölksyra genom att på följande sätt bereda en lösning som innehåller 1 mol ammoniumacetat, 1 mol mjölksyra och 3 mol ättiksyra/l.

A.1 Ammoniumacetatlösning

A.1.1 Beredning

Utgå från en orörd förpackning av ammoniumacetat *p.a.* på 5 kg. Mät upp 5 liter vatten i en mätkolv. Slå ett par liter av vattnet i förpackningen och rör om så att en lättflytande kristallgröt erhålles. Slå denna genom en tratt ner i en 20 liters plastdunk. Skölj efter med resten av vattnet.

(Det är lämpligt att göra en sats på två förpackningar samtidigt. Då erhålles 20 kg (ca 18,7 liter) lösning med halten ca 5,9 mol/kg.

Skaka dunken hårt då och då under något dygn eller använd mekanisk omrörare tills alla kristaller har lösts.

A.1.2 Bestämning av ammoniumhalten

Bestäm ammoniumhalten i ammoniumacetat-lösningen på följande sätt:

Väg in 10 ml lösning i en 100 ml mätkolv, *a* g. Späd till märket. Tag 10 ml med pipett och destillera (görs i triplikat).

I destillationsförlaget skall finnas ca 4 % borsyra och en lämplig indikator t ex bromkresolgrönt, 0,02 g/l. Justera pH i förlaget till indikatoromslag med HCl- eller NaOH-lösning (0,2 mol/l). Destillera av ammoniak över ca 15 ml NaOH-lösning (2 mol/l) till förlaget. Titra destillatet med *V* ml HCl-lösning (0,2 mol/l).

Ammoniumhalten i lösningen blir

$$V \cdot 0,2 \cdot 10/a \text{ mol/kg (Normalt värde 5,9)}$$

Ovan angivna formel är en mätetalsekvation och symbolerna representerar mätetal uttryckta i de angivna enheterna.

A.1.3 Bestämning av ättiksyrahalten

Ammoniumacetat har en tendens att förlora ammoniak så att ett visst överskott av ättiksyra uppstår. Detta kan bestämmas på följande sätt:

Späd 8 ml av ammoniumacetatlösningen med avjoniserat vatten till 100 ml i mätkolv. Detta ger en lösning på ca 0,5 mol/l. Bestäm lösningens pH med glaselektrod. Det procentuella överskottet av ättiksyra, *X*, bestäms ur korrektionstabellen nedan.

Tabellen ger också korrektionsfaktor, *Y*, för tillsatsen av ättiksyra i följande moment.