



STANDARDISERINGEN I SVERIGE  
SWEDISH STANDARDS INSTITUTION

Handläggande organ

Allmänna Standardiseringsgruppen, STG

## SVENSK STANDARD SS-ISO 11 263

Fastställt

1996-01-26

Utgåva

1

Sida

1 (7)

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

### Soil quality – Determination of phosphorus – Spectrometric determination of phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate solution

This Swedish standard consists of the Swedish version of ISO 11263:1994, Soil quality – Determination of phosphorus – Spectrometric determination of phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate solution.

This International Standard is applicable to all types of soils.

The Standard specifies an extraction method and analytical conditions to determine the content of soil phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate solution. After the extraction step, two different methods of colour development are possible: Colour development at room temperature and after heating to a high temperature.

Swedish standards corresponding to document referred to in this Standard are listed in "Catalogue of Swedish standards" issued by SIS.

### Markundersökningar – Bestämning av fosfor – Spektrofotometrisk bestämning av fosfor löslig i natriumvätekarbonat

Denna standard utgörs av den svenska versionen av ISO 11263:1994, Soil quality – Determination of phosphorus – Spectrometric determination of phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate solution.

Denna internationella standard är tillämplig för alla slags jordar.

I standarden beskrivs en extraktionsmetod och analysvillkor för bestämning av innehållet av markfosfor löslig i en lösning av natriumvätekarbonat. Efter extraktionssteget är fotometrisk bestämning med två olika metoder för färgframkallning möjliga: Färgframkallning vid rumstemperatur och efter upphettning till högre temperatur.

I SIS "Katalog över svensk standard" framgår vilka av de publikationer, som omnämns i denna standard, som har fastställts som svensk standard och som har översatts till svenska.

## 1 Omfattning och tillämpning

Denna internationella standard beskriver en extraktionsmetod och analysvillkor för bestämning av innehållet av markfosfor löslig i natriumvätekarbonatlösning. Efter extraktionssteget är fotometrisk bestämning med två olika metoder för färgframkallning möjliga. Moment 4.2 beskriver färgframkallning vid rumstemperatur. Moment 4.3 beskriver färgframkallning efter upphettning till högre temperatur. Denna internationella standard är tillämpbar för alla slags jordar.

## 2 Bindande referenser

Följande standarder innehåller krav, som genom hänvisningar i denna skrift, utgör krav även i denna internationella standard. Vid tidpunkten för publicering gällde de utgåvor, som anges nedan. Alla standarder är föremål för revision, och parter i sådana överenskommelser, som grundas på denna internationella standard, uppmanas undersöka möjligheterna att tillämpa de senaste utgåvorna av nedan nämnda standarder. Medlemmar av IEC och ISO (bl a SIS) för förteckning över gällande internationella standarder.

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods.*

ISO 11464:1994, *Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis (Markundersökningar – Förbehandling av jordprov för fysikalisk och kemisk analys).*

ISO 11465:1993, *Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method (Markundersökningar – Bestämning av torrs substans och vattenkvot – Gravimetrisk metod).*

## 3 Princip

Ett jordprov, som förbehandlats enligt ISO 11464, behandlas med en 0,5 mol/l natriumvätekarbonatlösning vid pH 8,50 för att lösa ut fosfatjoner. Koncentrationerna av kalcium-, aluminium- och järn(III)joner reduceras vid extraktionen genom fällning av kalciumkarbonat och aluminium- och järnhydroxider

Det klara extraktet analyseras med avseende på fosfor med en spektrofotometrisk metod, som innebär bildning av antingen ett antimon-fosfat-molybdatkomplex (vid rumstemperatur, 4.2) eller ett fosfat-molybdatkomplex (vid förhöjd temperatur, 4.3).

Båda reduceras med askorbinsyra så att ett mörkblått komplex bildas.

## 4 Reagens

Alla kemikalier skall vara av allmänt accepterad p.a.-kvalitet. Använd vatten, som uppfyller kraven för ”klass 2” i ISO 3696.

### 4.1 Reagenslösningar, som används vid båda färgframkallningsmetoderna.

#### 4.1.1 Natriumhydroxidlösning, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$ .

Lös 40,0 g  $\pm$  0,4 g natriumhydroxidpellets (NaOH) i vatten i en 1000 ml mätkolv. Kyl och späd till märket med vatten. Förvara i flaska av inert material och med väl slutande propp.

#### 4.1.2. Extraktionslösning

Lös 42,0 g  $\pm$  0,1 g natriumvätekarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) i 800 ml vatten. Justera pH till  $8,50 \pm 0,02$  med natriumhydroxidlösning (4.1.1). Överför lösningen till en 1000 ml mätkolv och justera till märket med vatten.

ANMÄRKNING 1. Denna lösning skall användas inom 4 timmar efter beredning.

**4.1.3. Aktivt kol**, som vid användning enligt metoden ger mindre än 0,015 absorbansenheter, AB, i ett blindprov. Uppnås inte detta, behandlas aktivt kol på följande sätt.

Väg in 100 g ± 1 g aktivt kol i en 1000 ml bägare och tillsätt 400 ml extraktionslösning (4.1.2). Rör om med magnetorrörare under 2 timmar. Filtrera genom fosforfritt papper, och upprepa tvättningen med samma volym extraktionslösning. Filtrera igen och tvätta kolet med vatten tills pH i avrinnande tvättvatten är 7,0 ± 0,1. Torka kolet vid 105 °C ± 2 °C.

**4.1.4 Svavelsyra**,  $\rho = 1,84$  g/ml.

**4.1.5 Svavelsyra**, utspädd,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 5$  mol/l.

Tag 400 ml ± 10 ml vatten i en 1000 ml bägare. Tillsätt försiktigt 278 ml ± 5 ml svavelsyra (4.1.4) under oavbruten omröring. Kyl till 20 °C ± 5 °C, överför till 1000 ml mätkolv och justera till märket med vatten.

**4.1.6 Svavelsyra-molybdatreagens**

Tag ungefär 400 ml vatten i en 1000 ml bägare. Tillsätt försiktigt 278 ml ± 5 ml svavelsyra (4.1.4) under oavbruten omröring. Kyl till 50 °C. Tillsätt sedan 49,08 g ± 0,01 g ammonium-heptamolybdat-tetrahydrat  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  och rör om tills allt lösts. Kyl till 20 °C ± 5 °C, överför till en 1000 ml mätkolv och justera till märket med vatten.

ANMÄRKNING 2. Om det förvaras i brun glasflaska, är detta reagens stabilt under många år.

**4.1.7 Ortofosfatstandard, stamlösning**, innehållande 450 mg fosfor, P, per liter.

Väg in 1,976 g ± 0,001 g kaliumdivätefosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), torkat i torkskåp vid 105 °C ± 1 °C under 2 h, i en 1000 ml mätkolv. Lös upp saltet och späd till märket med vatten.

ANMÄRKNING 3. Om den förvaras vid 4 °C, är denna lösning hållbar under 3 månader.

**4.1.8 Standardlösningar**

Pipettera de i tabell 1 angivna volymerna av standardstamlösning (4.1.7) i en serie av 1000 ml kolvar med märke vid 1000 ml. Fyll till märket med extraktionslösning (4.1.2). Dessa lösningar är stabila under 1 månad

Tabell 1 – Volym av stamlösning och halter av fosfor i standardlösningar.

Standardstamlösning, ml	Halt av fosfor i standardlösning mg/l.
0,000	0,000
1,000	0,45
5,00	2,25
10,00	4,50
20,00	9,00

**4.2 Reagenslösningar, som används för färgframkallning vid rumstemperatur**

**4.2.1 Natriumtiosulfatlösning**, 12 g/l.

Lös 1,20 g ± 0,01 g natriumtiosulfat-pentahydrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) i 100 ml vatten.

Tillsätt 50 mg ± 1 mg natriumkarbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) som konserveringsmedel. Denna lösning skall vara nyberedd vid användning.

**4.2.2 Natriummetabisulfitlösning**, 200 g/l.

Lös 20,0 g ± 0,1 g natriummetabisulfit ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) i 100 ml vatten. Denna lösning skall vara nyberedd vid användning.

**VARNING – Natriummetabisulfit frigör gas, som är farlig att inandas.**

**4.2.3 Kaliumantimon(III)oxidtartratlösning, 0,5 g/l.**

Lös 0,500 g ± 0,01 g kaliumantimon(III)oxidtartrat-hemihydrat [K(SbO)C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>·0,5H<sub>2</sub>O] i 1000 ml vatten.

**VARNING – Antimonföreningar är starkt giftiga.**

**4.2.4 Färgreagens**

Lös 1,00 g ± 0,01 g askorbinsyra (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>) i 525 ml vatten. Tillsätt sedan

- 10 ml svavelsyra-molybdatreagens (4.1.6),
- 15 ml utspädd svavelsyra (4.1.5) och
- 50 ml kaliumantimon(III)oxidtartratlösning (4.2.3).

Blanda väl. Totalvolymen blir ca 600 ml.

Reagenset skall användas inom 30 min efter beredning.

**4.3 Reagenslösningar, som används för färgframkallning vid förhöjd temperatur****4.3.1 Färgreagens**

Lös 1,00 g ± 0,01 g askorbinsyra (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>) och 50 ± 0,5 mg natriumtiosulfat-pentahydrat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O) i 720 ml vatten.

Tillsätt sedan

- 15 ml svavelsyra-molybdatreagens (4.1.6).
- 65 ml utspädd svavelsyra (4.1.5)

Blanda väl. Totalvolymen blir ca 800 ml

Reagenset skall användas inom 30 minuter efter beredning.

**5 Utrustning**

Allmän laboratorieutrustning samt

**5.1 Utrustning, som används oavsett färgframkallningsmetod.**

**5.1.1 Analysvåg**, med en noggrannhet av ± 0,001 g.

**5.1.2 Skakmaskin** (för att förhindra att jorden sedimenterar i extraktionslösningen).

**5.1.3 pH-meter**, med en noggrannhet av ± 0,01 pH-enheter.

**5.1.4 Spektrofotometer**, användbar för mätning av absorbans vid våglängder upp till 900 nm och anpassad för kyvetter med 10 mm optiskt skiktdjup (med en noggrannhet av ± 0,001 absorbansenheter).

**5.1.5 Kyvetter**, med 10 mm optiskt skiktdjup.

**5.2 Utrustning, som används vid färgframkallning vid förhöjd temperatur.**

**5.2.2 Provrörsskakare**, av Vortextyp.

**5.2.3 Termostatvattenbad**

## 6 Utförande

### 6.1 Bestämning av torrsubstanshalt

Förbehandla jordprovet enligt ISO 11464. Bestäm torrsubstanshalten i det förbehandlade provet enligt ISO 11465

### 6.2 Extraktion

Väg in  $5,00 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  förbehandlat prov i en 250 ml kolv. Tillsätt 1,0 g aktivt kol (4.1.3) och  $100 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$  extraktionslösning (4.1.2). Förslut kolven och placera den omedelbart i en skakmaskin (5.1.2). Skaka under exakt 30 minuter vid  $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  (skakning skall förhindra att jorden sedimenterar i extraktionslösningen). Inom 1 min efter skaktidens slut skall suspensionen filtreras ner i ett torrt kärl genom ett fosforfritt filterpapper.

Framställ ett blindprov genom att följa ovanstående procedur utan jordprov.

### 6.3 Färgframkallning

#### 6.3.1 Färgframkallning vid rumstemperatur

I en serie av 50 ml mätkolvar överförs till var och en 5,00 ml av endera av följande

- ett blindprov framställt enligt 6.2
- ett jordextrakt framställt enligt 6.2
- standardlösningar framställda enligt 4.1.8

Tillsätt sedan försiktigt 0,5 ml utspädd svavelsyra (4.1.5) till varje kolv (propparna avtagna i hela serien) och sväng kolvarna försiktigt för att frigöra koldioxid.

Tillsätt 4,0 ml natriummetabisulfitlösning (4.2.2) och 6,0 ml natriumtiosulfatlösning. Förslut kolvarna omedelbart. Blanda väl och vänta 30 min. Tillsätt därefter 30,0 ml färgreagens (4.2.4) fyll med vatten till märket, förslut kolven och blanda väl. Vänta 60 min för att låta färgen framkallas.

#### 6.3.2 Färgframkallning vid förhöjd temperatur

I en serie av provrör överförs till var och en 2,00 ml av endera av följande

- ett blindprov framställt enligt 6.2
- ett jordextrakt framställt enligt 6.2
- standardlösningar framställda enligt 4.1.8

Tillsätt sedan 8,0 ml färgreagens (4.3.1) till varje rör och blanda väl. Vänta 60 min.

Sätt rören i termostatvattenbad (5.2.2) vid  $90 \text{ }^\circ\text{C}$  och låt dem stå under 10 min för att färgen skall framkallas. Kyl rören till  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  och blanda med provrörsskakare (5.2.1)

### 6.4 Spektrofotometrisk mätning

Mätningarna skall utföras inom den linjära delen av kalibreringskurvan.

#### 6.4.1 Spektrofotometrisk mätning efter färgframkallning vid rumstemperatur

Mät absorbansen mot vatten i varje lösning 30 min efter framkallning vid 880 nm med användande av specificerade kyvetter (5.1.5). Anteckna avläsningarna

ANMÄRKNING 4. Våglängden 710 nm kan användas om lägre känslighet kan accepteras och efter kontroll av linjaritet och frihet från systematiska fel.

#### 6.4.2 Spektrofotometrisk mätning efter färgframkallning vid förhöjd temperatur

Mät absorbansen i varje lösning mot vatten vid 825 nm med användning av specificerade kyvetter (5.1.5). Anteckna avläsningarna.

### 6.5 Resultatberäkning

Halten fosfor löslig i natriumvätekarbonat, uttryckt i mg per kg torkad jord, beräknas med användning av följande ekvation

$$w_p = \frac{\rho_p (A_{ES} - A_B)}{A_S - A_0} \cdot \frac{20d \cdot m_1}{m_2}$$

där beteckningarna har följande definitioner

$\rho_p$  fosforkoncentrationen, i mg/l, i den för beräkning valda standardlösningen (se tabell 1);

$A_{ES}$  absorbansen i lösningen med jordextraktet;

$A_B$  absorbansen i blindprovet;

$A_S$  absorbansen i den för beräkning valda standardlösningen;

$A_0$  absorbansen av standardlösningen med 0,000 mg P/l;

$d$  jordextraktets spädningfaktor (om spädning utförts);

$m_1$  massan, i gram, av lufttorkad jord;

$m_2$  massan, i gram, av torkad jord.

### 7 Repeterbarhet

Repeaterbarheten vid bestämning av fosfor extraherbar med natriumvätekarbonatlösning och med färgframkallning vid rumstemperatur eller vid förhöjd temperatur skall uppfylla de villkor, som anges i tabell 2.

Tabell 2 – Repeterbarhet.

Fosforhalt, mg/kg	Acceptabel variation
≤ 10	3 mg P/kg
> 10 till 25	40 % av värdet
> 25 till 100	15 mg P/kg
> 100	25 % av värdet

### 8 Provningsrapport

Provningsrapporten skall innehålla följande uppgifter:

- hänvisning till denna internationella standard;
- uppgift om den använda metoden;
- alla nödvändig uppgifter för fullständig identifikation av provet;
- resultatet av bestämningen, utan decimal, beräknat som milligram fosfor per kilogram torkad jord;
- varje använt arbetstekniskt moment, som inte är fastställt i denna internationella standard eller som anges som alternativ teknik, liksom varje annan omständighet, som kan tänkas ha påverkat resultatet.