

Handläggande organ

**Allmänna Standardiseringsgruppen, STG**

Fastställt

1996-05-03

Utgåva

1

Sida

1 (6)

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

## Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method

This Swedish standard consists of the Swedish version of ISO 11261: 1995, Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method

This International standard is applicable to all types of soils.

The Standard specifies method for the determination of the total nitrogen ( ammonium-N, nitrate-N, nitrite-N and organic N) content of soil. Nitrogen in N-N-linkages, N-O-linkages and some heterocyclics (especially pyridine) is only partially determined.

Swedish Standards corresponding to documents referred to in this Standard are listed in "Catalogue of Swedish Standards", issued by SIS.

## Markundersökningar – Bestämning av totalkväve – Modifierad Kjeldahlmetod

Denna standard utgörs av den svenska versionen av ISO 11261:1995, Soil quality – Determination of total nitrogen – Modified Kjeldahl method

Denna internationella standard är tillämplig för alla slags jordar.

I standarden beskrivs en metod för bestämning av det totala innehållet av kväve i marken (ammonium-N, nitrat-N, nitrit-N och organiskt N). Kväve i N-N-bindingar, N-O-bindingar och en del heterocykliska föreningar (särskilt pyridin) bestäms endast delvis.

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.

ICS 13.080

Standarder kan beställas hos SIS som även lämnar allmänna upplysningar om svensk och utländsk standard.  
 Postadress: SIS, Box 6455, 113 82 STOCKHOLM  
 Telefon: 08 - 610 30 00. Telefax: 08 - 30 77 57

Upplysningar om **sakinnehållet** i standarden lämnas av STG.  
 Telefon: 08 - 13 62 50. Telefax: 08 - 618 61 28

Prisgrupp K

Tryckt i augusti 1996

## Markundersökningar – Bestämning av totalkväve – Modifierad Kjeldahlmetod

### 1 Omfattning och tillämpning

Denna internationella standard beskriver en metod för bestämning av det totala innehållet av kväve i marken (ammonium-N, nitrat-N, nitrit-N och organiskt N). Kväve i N-N-bindningar, N-O-bindningar och en del heterocykliska föreningar (särskilt pyridin) bestäms endast delvis. 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 5725:1986, *Precision of test methods – Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*

ISO 11 464:1994, *Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis (Markundersökningar – förbehandling av prov för fysikalisk och kemisk analys).*

ISO 11 465:1993, *Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method. (Markundersökningar – Bestämning av torrsubstans och vattenkvot – Gravimetrisk metod)*

### 3 Princip

Metoden grundar sig på Kjeldahl-uppslutning, men titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) användes i stället för selen.

ANMÄRKNING 1 Ur ekotoxikologisk synpunkt är titandioxid mindre skadlig än selen.

### 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 Salicylsvavelsyra

Lös 25 g salicylsyra i 1 liter koncentrerad svavelsyra ( $\rho=1,84 \text{ g/cm}^3$ ).

#### 4.2 Katalysatorblandning med kaliumsulfat

Mal och blanda väl 200 g kaliumsulfat, 6 g kopparsulfat-pentahydrat och 6 g titandioxid med anatas-kristallstruktur.

#### 4.3 Natriumtiosulfat-pentahydrat

Krossa kristallerna tills de bildar ett pulver, som passerar en sikt med 0,25 mm maskvidd.

4.4 Natriumhydroxid,  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$ .

4.5 Borsyralösning,  $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/l}$ .

#### 4.6 Blandindikator

Lös 0,1 g bromkresolgrönt och 0,02 g metylrött i 100 ml etanol.

4.7 Svavelsyra,  $c(\text{H}^+) = 0,01 \text{ mol/l}$ .

## 5 Utrustning

Allmän laboratorieutrustning samt

**5.1 Uppslutningskolvar eller uppslutningsrör**, med nominell volym 50 ml, lämpliga för uppslutningsstället.

### 5.2 Uppslutningsställ

ANMÄRKNING 2 Ett aluminiumblock med hål, som borrats för uppslutningsrör av glas, är också lämpligt.

**5.3 Destillationsutrustning**, lämpligen av Parnas-Wagnertyp.

**5.4 Byrett**, graderad i 0,01 ml intervall eller mindre.

## 6 Förbehandling av jordprover

Prover skall förbehandlas enligt ISO 11 464.

ANMÄRKNING 3 Förluster av kväve kan inträffa vid prov med högt innehåll av ammonium-N eller nitrat-N. Överdriven torkning (105 °C) skall därför undvikas.

## 7 Utförande

Av det förbehandlade jordprovet placeras en invägd mängd, mellan ungefär 0,2 g (förväntad N-halt  $\approx$  0,5 %) och 1g (förväntad N-halt  $\approx$  0,1 %), i en uppslutningskolva (5.1). Tillsätt 4 ml salicylsvavelsyra (4.1) och sväng kolven tills syran blandats väl med jorden. Låt blandningen stå åtminstone några timmar (eller över natten). Tillsätt 0,5 g natriumtiosulfat (4.3) genom en torr trätt med långt rör, som når ner i kolvens rundade del, och upphetta blandningen försiktigt på uppslutningsstället (5.2) tills skumningen har upphört.

Kyl sedan kolven, tillsätt 1,1 g katalysatorblandning (4.2) och upphetta tills uppslutningslösningen blir klar. Koka vätskan försiktigt upp till 5 h och på ett sådant sätt att svavelsyran kondenserar på ungefär 1/3 av kolvhalsens höjd. Man måste förvissa sig om att temperaturen i lösningen ej överstiger 400 °C.

ANMÄRKNING 4 I de flesta fall räcker 2 h koktid.

Låt kolven svalna sedan uppslutningssteget är avslutat och tillsätt ungefär 20 ml vatten långsamt under omskakning. Sväng därefter kolven, så att allt olösligt material slammas upp, och överför innehållet till destillationsapparaten (5.3). Skölj tre gånger med vatten för att göra överföringen fullständig. Tillsätt 5 ml borsyra (4.5) till en 100 ml konkolva och placera kolven under destillationsapparatens kylare på ett sådant sätt, att kylarspetsen doppar ner i lösningen. Tillsätt 20 ml av natriumhydroxiden (4.4) till apparatens trätt, och låt alkalit långsamt rinna ner i destillationskärlet. Destillera tills ca 40 ml kondensat erhålls (den mängd, som behövs för att få ett kvantitativt resultat, beror på apparatens dimensioner), skölj kylarens spets, till sätt ett par droppar indikator (4.6) till destillatet och titrera med svavelsyra till violett slutpunkt.

ANMÄRKNING 5 Potentiometrisk titrering är också möjlig. Slutpunkten på titreringen skall vara pH = 5,0.

ANMÄRKNING 6 Om vattenångdestillation används, är en destillationshastighet på maximalt ungefär 25 ml/min lämplig. Avsluta destillationen, när ca 100 ml destillat har samlats upp.

Gör ett blindprov, i vilken samma procedur följs men utan jord. Anteckna förbrukningen av svavelsyra vid blindprovet och vid analyserna av jordprov.

## 8 Resultatberäkning

Totala innehållet av kväve, ( $w_N$ ), i milligram per gram torr jord, beräknas med hjälp av formeln:

$$w_N = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c(H^+) \cdot M_N}{m} \cdot \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

där

$V_1$  är den volym svavelsyra (4.7) i milliliter, som använts vid titrering av provet [indikator (4.6)].

$V_0$  är den volym svavelsyra (4.7) i milliliter, som använts vid blindprov [indikator (4.6)].

$c(H^+)$  är koncentrationen av  $H^+$  i svavelsyran (4.7) i mol per liter [om t ex 0,01 mol/l svavelsyra används, är  $C(H^+) = 0,02$  mol/l].

$M_N$  är molmassan för kväve i gram per mol (=14).

$m$  är massan av det lufttorkade provet i gram.

$w_{H_2O}$  är vattenhalten uttryckt i procent av massan av lufttorrt jord. Vattenhalten skall vara bestämd enligt ISO 11 465.

Avrunda resultatet till två signifikanta siffror.

## 9 Precision

Precisionsdata, enligt ISO 5725, bestämdes ur en provningsjämförelse utförd 1992, i vilken 14 laboratorier och 4 jordprov deltog. Erhållna resultat visas i tabell 1.

Ur data i tabell 1 kan man sluta sig till att skillnaden mellan två separata bestämningar inte bör överstiga 15 % av det uppmätta innehållet av totalkväve, då detta är mindre än 2 mg/g, och 10 % av det uppmätta innehållet av totalkväve, då detta är större än 2 mg/g.

## 10 Provningsrapport

Provningsrapporten skall innehålla följande uppgifter:

- hänvisning till denna internationella standard;
- en fullständig identifikation av provet;
- resultaten av bestämningarna;
- alla omständigheter, som inte är beskrivna i denna internationella standard eller är alternativa, liksom varje annan faktor, som kan ha påverkat resultatet.

Tabell 1 – Medeltal av alla bestämningar av nitrogenhalt,  $s_r$ ,  $r$ ,  $s_R$  och  $R$  beräknade efter det att extremvärden tagits bort

Prov nr	Nitrogenhalt, $w_N$ mg/g	Repeterbarhet mg/g		Reproducerbarhet mg/g	
		$s_r$	$r$	$s_R$	$R$
1	0,98	0,06	0,17	0,27	0,76
2	3,11	0,12	0,33	0,58	1,62
3	6,70	0,19	0,54	1,07	3,00
4	10,88	0,26	0,74	0,89	2,50
		$s_r$ är repeterbarhetsstandardavvikelse $r$ är repeterbarhetsgräns		$s_R$ är reproducerbarhetsstandardavvikelse $R$ är reproducerbarhetsgräns	

Svensk kommentar

$s_r$  respektive  $s_R$ : den standardavvikelse som erhålls under repeterbarhets- respektive reproducerbarhetsbetingelser

$$r = 2,8 \cdot s_r$$

$$R = 2,8 \cdot s_R$$

**Bilaga A**  
(informativ)**Bibliografi**

- [1] THUN, HERRMANN and KNICKMANN, Die Untersuchung von Böden (1955), Neumann Verlag, Radebeul und Berlin.
- [2] PAGE, A.L. et al., Methods of soil analysis, Part 2 (1982). *American Society of Agronomy and Soil Science of America*, Madison, WI.
- [3] WILLIAMS, P.C. *J. Sci. Fd. Agric.* **24** (1973), p. 343.