



Handläggande organ

Allmänna Standardiseringsgruppen, STG

Fastställt

1996-12-30

Utgåva

1

Sida

1 (7)

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

Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)

This Swedish standard consists of the Swedish version of ISO 10694:1995, Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)

This Standard specifies a method for the determination of the total carbon content in soil after dry combustion. The organic carbon content is calculated from this content after correcting for carbonates present in the sample. If carbonates are removed beforehand, the organic content is measured directly.

This Standard is applicable to all types of air-dried soil samples.

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

Markundersökningar - Bestämning av organiskt kol efter torrförbränning (elementaranalys)

Denna standard utgörs av den svenska versionen av ISO 10694: 1995, Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)

I standarden beskrivs en metod för bestämning av det totala kolinnehållet i jord efter torrförbränning. Halten organiskt kol beräknas ur detta innehåll efter korrektion för de karbonater, som provet innehåller. Om karbonaterna avlägsnas i förväg, mäts halten organiskt kol direkt.

Denna standard är tillämpbar för all typer av luft-torkade jordprov.

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 februari 1997

1 Omfattning och tillämpning

Denna internationella standard beskriver en metod för bestämning av det totala kolinnehållet i jord efter torrförbränning. Halten organiskt kol beräknas ur detta innehåll efter korrektion för de karbonater, som provet innehåller. Om karbonaterna avlägsnas i förväg, mäts halten organiskt kol direkt.

Denna internationella standard är tillämpbar för alla typer av lufttorkade jordprov.

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,	<i>Water for analytical laboratory use – Specification and test methods.</i>
ISO 10390:1994,	<i>Soil quality – Determination of pH (Markundersökningar – Bestämning av pH).</i>
ISO 10693:1995,	<i>Soil quality – Determination of carbonate content- Volumetric method.</i>
ISO 11464:1994,	<i>Soil quality - Pretreatment of samples for physico-chemical analysis (Markundersökningar – Förbehandling av jordprov för fysikalisk och kemisk analys).</i>
ISO 11465:1993,	<i>Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis – Gravimetric method (Markundersökningar – Bestämning av torrsubstans och vattenkvot – Gravimetrisk metod).</i>

3 Princip

Det kol, som finns i jorden, oxideras till koldioxid (CO₂) genom att jorden upphettas till minst 900 °C i en ström av en gas, som innehåller syre och som är fri från koldioxid.

Mängden koldioxid som frigörs, mäts sedan med titrimetri, gravimetri, konduktometri, gaskromatografi eller med användning av en metod för infraröddetektion, beroende på den apparatur som används. När jorden upphettas till minst 900 °C, sönderdelas alla närvarande karbonater fullständigt. För bestämning av halten organiskt kol avlägsnas i förväg alla karbonater i jorden genom att den behandlas med saltsyra. Om karbonathalten i det undersökta provet är känd, görs alternativt korrektion för närvarande karbonater, då halten organiskt kol beräknas.

ANMÄRKNING 1 När pH-CaCl₂ är under 6,5, är närvaro av karbonater osannolik. En sådan kombination av lågt pH och karbonatinnehåll är möjlig endast i undantagsfall, t.ex. i nyligen kalkade jordar.

Svensk kommentar: pH - CaCl₂ < 6,5 motsvarar pH - H₂O < (6,7-6,8)

4 Reagens

Använd, till alla lösningar, endast kemikalier av allmänt accepterad analyskvalitet och destillerat eller avjoniserat vatten.

4.1 Vatten, med elektrisk konduktivitet ej överstigande 0,2 mS/m vid 25 °C ("Klass 2"-vatten enligt ISO 3696).

4.2 Kalibreringssubstanser, t.ex. acetanilid (C₈H₉NO), atropin (C₁₇H₂₃NO₃), kalciumkarbonat (CaCO₃), spektrografiskt grafitpulver (C) och kaliumväteftalat (C₈H₅KO₄).

4.3 Saltsyra, c(HCl) = 4 mol/l

Späd 340 ml koncentrerad saltsyra ($\rho = 1,19$ g/ml) till 1000 ml med vatten (4.1).

ANMÄRKNING 2 Beroende på den använda detektionsmetoden kan reagens och/eller katalysatorer vara nödvändiga för reduktion, oxidation, avlägsnande och/eller absorption av sådana förbränningsgaser, som påverkar analysen. Tillverkarens anvisningar för den använda apparaten skall utnyttjas.

5 Utrustning och laboratorieglas

5.1 Laboratorieglas av standardutförande.

5.2 Analysvåg (med möjlighet att väga noggrant ned till 0,1 mg) eller **mikroanalysvåg** (med möjlighet att väga noggrant ned till 0,01 mg).

5.3 Utrustning för bestämning av total kolhalt, genom förbränning av provet vid minst 900 °C, inklusive detektor för mätning av bildad koldioxid.

ANMÄRKNINGAR:

3 Följande detektionsmetoder är för närvarande tillgängliga: Titrimetri, gravimetri, konduktometri, gaskromatografi och infrarödmätning.

4 Vissa moderna instrument kan bestämma organiskt och oorganiskt kol var för sig i en körning genom att öka temperaturen gradvis och mäta koldioxiden kontinuerligt.

5 Vissa instrument kan samtidigt bestämma totalkväve och totalkol i jord.

5.4 Deglar, i olika storlekar, tillverkade av porslin, kvarts, silver, tenn eller nickel.

ANMÄRKNING 6 Tenn- och nickeldeglar är inte syrabeständiga.

6 Laboratorieprov

Använd den partikelstorleksfraktion, som är under 2 mm, av lufttorkade prov, förbehandlade enligt ISO 11464. Använd en del av laboratorieprovet för bestämning av vattenkvoten enligt ISO 11465 och, om nödvändigt, karbonathalten enligt ISO 10693.

Svensk kommentar: Om provmängden är < 2 g skall partikelstorleken minskas ytterligare. Se SS-ISO 11464 punkt 3 och punkt 5.6.

7 Utförande

Tillvägagångssättet består i bestämning av antingen:

- total kolhalt inklusive det kol, som föreligger som karbonat, eller
- organiskt kol, sedan karbonater avlägsnats.

ANMÄRKNING 7 Totalt organiskt kol kan beräknas genom att bestämma totala kolhalten och subtrahera det kol, som föreligger som karbonat och som kan bestämmas enligt ISO 10693.

7.1 Kalibrering av instrumentet.

Kalibrera instrumentet såsom beskrivs i gällande manual. Använd en av de substanser, som anges i 4.2, för att kalibrera eller för att upprätta en kalibreringskurva.

7.2 Bestämning av total kolhalt.

Mängden prov, som skall tas för analys, beror på den förväntade totala kolhalten och på det använda instrumentet. Väg in m_1 g lufttorrt prov i en degel (5.4). Utför analyserna enligt tillverkarens manual för instrumentet.

När halten organiskt kol skall bestämmas, skall närvarande karbonater först avlägsnas. Följ i så fall den procedur, som beskrivs i 7.3.

7.3 Bestämning av halt av organiskt kol.

Sätt ett överskott av saltsyra (4.3) till en degel, som innehåller den invägda mängden lufttorrt jord (se 7.2), och blanda. Vänta 4 h och torka degeln 16 h vid en temperatur av 60 °C till 70 °C. Utför sedan analysen enligt tillverkarens manual för instrumentet.

ANMÄRKNING 8 Mängden saltsyra, som skall tillsättas, beror på den invägda mängden prov och karbonatinnehållet. Ett överskott av saltsyra skall alltid tillsättas. Denna mängd kan bedömas genom att anta, att mängden prov för analys består av karbonater till 100 %.

SÄKERHETSÅTGÄRDER - De deglar, som används, skall vara tillräckligt stora för att undvika problem, då deglar som innehåller prov med tillsats av saltsyra förflyttas.

8 Beräkningar

8.1 Total kolhalt

Beräkna provets totala kolhalt, på basis av torr jord, med hjälp av följande ekvation:

$$w_{C,t} = 1000 \cdot \frac{m_2}{m_1} \cdot 0,2727 \cdot \frac{100 + w_{H_2O}}{100}$$

där

$w_{C,t}$ är totala kolinnehållet, i gram per kilogram, på basis av torr jord,

m_1 är massan, i gram, av analysprovet,

m_2 är massan, i gram, av koldioxid, som frigjorts av provet,

0,2727 är omräkningsfaktorn av CO₂ till C,

w_{H_2O} är vattenkvoten (vattenhalt på torrmassbasis). Massan av det vatten som avgått från jorden då denna torkats till konstant massa vid 105 °C uttryckt i procent av denna konstanta massa och bestämd enligt ISO 11465.

Svensk kommentar: Med torr jord avses jord som torkats till konstant massa vid 105 °C enligt SS-ISO 11465.

8.2 Halt organiskt kol

8.2.1 Indirekt bestämning av halt organiskt kol

Beräkna halten organiskt kol på basis av torrt prov genom att använda följande ekvation:

$$w_{C,o} = w_{C,t} - (0,12 \cdot w_{CaCO_3})$$

där

$w_{C,o}$ är halten organiskt kol, i gram per kilogram, på basis av torr jord,

$w_{C,t}$ är total kolhalt, i gram per kilogram, på basis av torr jord och beräknad enligt 8.1,

0,12 är omräkningsfaktorn,

w_{CaCO_3} är jordens karbonatinnehåll, i gram per kilogram, uttryckt som halt kalciumkarbonat i torr jord och bestämd enligt ISO 10693.

8.2.2 Direkt bestämning av halt organiskt kol

Om karbonaterna avlägsnas i förväg (enligt det forfarande som beskrivs i 7.3), bestäms halten organiskt kol enligt 8.1.

8.3 Halt organisk substans

Halten organisk substans i jordprovet kan beräknas ur halten organiskt kol med hjälp av följande ekvation:

$$w_{om} = f \cdot w_{C,o}$$

där

w_{om} är halten organisk substans i jorden, i gram per kilogram och på basis av torr jord,

$w_{C,o}$ är halten organiskt kol i jorden, i gram per kilogram och på basis av torr jord,

f är en omräkningsfaktor.

ANMÄRKNING 9 Omräkningsfaktorn beror på typen av organisk substans. I jordbruksjordar kan den normalt variera mellan 1,7 och 2,0.

9 Repeterbarhet

Repeterbarheten vid kolhaltsbestämningar, vilka utförs som två på varandra följande separata mätningar på samma prov, skall tillfredsställa de villkor, som anges i tabell 1.

Tabell 1 - Repeterbarhet

Kolhalt g/kg		Tillåten variation
överstigande	t.o.m.	
0,0	2,5	0,25 g/kg absolut
2,5	75	10 % relativt
75		7,5 g/kg absolut

Resultaten av en provningsjämförelse, omfattande bestämning av total kolhalt och halt organiskt kol i fem jordar, framgår av bilaga A.

10 Provningsrapport

Provningsrapporten skall innehålla följande uppgifter:

- hänvisning till denna internationella standard;
- hänvisning till den använda metoden;
- alla uppgifter, som behövs för fullständig identifikation av provet;
- resultaten av bestämningarna av totalt kol och/eller organiskt kol, i gram per kilogram och beräknat på basis av torr jord. När halten organiskt kol har bestämts, skall det anges, om karbonathalten har bestämts eller om karbonaterna avlägsnats före bestämningen;
- redovisning av alla omständigheter, som inte är beskrivna i denna internationella standard eller är alternative, liksom varje annan faktor, som kan ha påverkat resultatet.

Bilaga A

(för information)

Resultat av provningsjämförelser.

En provningsjämförelse organiserades 1993 av lantbruksuniversitetet i Wageningen, Nederländerna, för att verifiera de tillvägagångssätt, som beskrivs i denna internationell standard.

I denna provningsjämförelse utförde nio laboratorier bestämningar av halten organiskt och totalt kol i fem jordprov. Resultat från åtta laboratories erhöles vad gäller halt av såväl organiskt som totalt kol.

De använda jordtyperna och deras ursprung framgår av tabell A.1.

Den repeterbarhet (r) och reproducerbarhet (R) av analysresultaten, som erhöles av laboratorierna, redovisas i tabellerna A.2 och A.3.

Värdena beräknades enligt ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*.

Tabell A.1 - Jordtyper använda för provningsjämförelsen och provens ursprung

Jord nr	Jordtyp	Ursprung
1	Högförmultnad torv	Polen
2	Andosol (vulkanisk aska)	Indonesien
3	Trädgårdsjord	Nederländerna
4	Lössjord från skogsmark	Schweiz
5	Sandjord	Mali

Tabell A.2 - Resultat av bestämning av organiskt kol i jord vid provningsjämförelsen

Parameter	Resultat				
	Jord nr				
	1	2	3	4	5
Antal laboratorier exklusive extremvärden	7	8	8	8	8
Antal extremvärden (laboratorier)	–	–	–	–	–
Antal accepterade resultat	–	–	–	–	–
Medelvärde (g/kg torr jord)	410,42	63,3	83,88	41,537	2,47
Repeterbarhetsstandardavvikelse (s_r)	4,318	1,225	4,275	1,045	0,272
Relativ repeterbarhetsstandardavvikelse (%)	1,052	1,935	5,096	2,515	10,988
Repeterbarhetsgräns ($r = 2,8 \cdot s_r$)	12,090	3,43	11,969	2,925	0,761
Reproducerbarhetsstandardavvikelse (s_R)	127,413	11,957	19,376	5,523	1,555
Relativ reproducerbarhetsstandardavvikelse (%)	11,087	18,888	23,098	13,297	62,92
Reproducerbarhetsgräns ($R = 2,8 \cdot s_R$)	45,505	33,48	54,253	15,465	4,355