

Magnesiumbestimmung im 0.0125 M Calciumchloridextrakt (1:10)

Version 1.4 (2020)

Code der Referenzmethode	CC-Mg		Mögliche Einsatzbereiche	
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	x	
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)		
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen		
	Standortcharakterisierung			
	Schadstoffbeurteilung		x	
	Düngeruntersuchungen	Recyclingdünger	Kompost	
			Gärgut fest	
			Gärgut flüssig	
		Hofdünger	Klärschlamm	
			Mist	
Mineraldünger		Gülle		
Pflanzkohle				
Forschungsmethoden				
Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen	Messung von Nährstoffgehalten für Düngeberatung laut den Grundlagen für die Düngung landwirtschaftlicher Kulturen in der Schweiz (GRUD).			
Zulassungskriterien für Labors	Die Grenzen des Ringversuches PEP (WEPAL) werden eingehalten. Jährlich wird eine aktuelle Liste der für den ökologischen Leistungsnachweis zugelassenen und für Bodenuntersuchungen zur Düngeberatung empfohlenen Labors auf den Internetseiten von Agroscope und BLW publiziert.			
Analysenprogramm	Probennahme	AF-PN		
	Probenaufbereitung	AF-OW-PA		
	Aufschluss	CCMg-Ex		
	Messung	CC-Mg		

Konzentrations- / Messbereich	GRUD: oberer Bereich Mg-Testzahl = 30
Angabe der Ergebnisse	Mg-Testzahl (= mg Mg/100g trockene Feinerde); eine Dezimalstelle. mg Mg/kg Boden: eine Dezimalstelle Mg Testzahl 1 = 10 mg Mg/ kg Feinerde
Äquivalente Methoden	
Sicherheit / Umwelt	Keine besonderen Massnahmen



1. Prinzip

Durch Extraktion mit Calciumchlorid-Lösung wird das leicht austauschbare, den Pflanzen unmittelbar zur Verfügung stehende Magnesium des Bodens erfasst. (Extraktion vgl. Methode CCMg-Ex). Im CaCl_2 -Extrakt nach Schachtschabel wird das Magnesium mittels Atomabsorption bei einer Wellenlänge von 202.6 nm bestimmt.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte

- (A) Analysenwaage (0.01 g Teilung).
- (B) Diverse Pipetten und Messkolben.
- (C) Atomabsorptionsspektrometer (AAS) mit spezifischer Lampe (Quarzfenster), Luft/Acetylen-Flamme, oxidierend (mager, blau).

Reagenzien

- (1) Demineralisiertes Wasser (H_2O , Leitfähigkeit $< 5 \mu\text{S}/\text{cm}$).
- (2) Calciumchlorid ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $M = 147.02 \text{ g/mol}$).
- (3) 0.125 M CaCl_2 -Lösung: 1.85 g Calciumchlorid (2, A) in 100 ml H_2O (1) auflösen. Diese Lösung dient zur Matrixanpassung der Kalibrierlösungen.
- (4) Mg-Standardlösung (1000 mg Mg/l), gebrauchsfertig.
- (5) Kalibrierlösungen:
 - (5a) 10 ml 0.125 M Ca (3) mit H_2O (1) auf 100 ml verdünnen
= 0 mg Mg/L
 - (5b) 0.5 ml Lösung (4) und 10 ml 0.125 M Ca (3) mit H_2O (1) auf 100 ml verdünnen
= 5 mg Mg/L
 - (5c) 1.0 ml Lösung (4) und 10 ml 0.125 M Ca (3) mit H_2O (1) auf 100 ml verdünnen
= 10 mg Mg/L
 - (5d) 2.0 ml Lösung (4) und 10 ml 0.125 M Ca (3) mit H_2O (1) auf 100 ml verdünnen
= 20 mg Mg/L
 - (5e) 3.0 ml Lösung (4) und 10 ml 0.125 M Ca (3) mit H_2O (1) auf 100 ml verdünnen
= 30 mg Mg/L
 - (5f) 5.0 ml Lösung (4) und 10 ml 0.125 M Ca (3) mit H_2O (1) auf 100 ml verdünnen
= 50 mg Mg/L

Arbeitsvorschrift

Im klaren Filtrat (Methode CCMg-Ex) wird der Gehalt an Magnesium mittels Atomabsorption (C) bei einer Wellenlänge von 202.6 nm bestimmt.

Liegen die Werte über denjenigen der Kalibrierlösungen, sind die Filtrate mit der Extraktionslösung (Methode CCMg-Ex) zu verdünnen.

3. Berechnung

Extraktion: Einwaage = 5 g = 0.05 hg (1 hg = 1 hektogramm = 100 g)
Volumen = 50 ml = 0.05 L

a = Konzentration des Extrakts in mg Mg/L

Mg-Testzahl = mg Mg/100g trockene Feinerde = $a \text{ [mg/L]} \cdot 0.05 \text{ [L]} / 0.05 \text{ hg} = a$

- Anmerkung: Eventuelle Verdünnungen der Bodenextrakte sind bei der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

4. Resultatangabe

2 Möglichkeiten bestehen:

- Mg-Testzahl (= mg Mg/100g trockene Feinerde); eine Dezimalstelle.
- mg Mg/kg Feinerde: 1 Dezimalstelle

5. Bemerkungen

Laborblindwert: Es empfiehlt sich, bei jeder Messserie mindestens 2 Blindwerte (50 ml Extraktionslösung filtriert wie eine Probe) zu messen. Blindwerte >0.15 Mg-Testzahlen deuten auf Kontamination der Filter oder des Laborgeschirrs und somit auf unzuverlässige Resultate. Zur Kontrolle der Messwerte werden in jeder Serie 2-3 Referenzböden mituntersucht.

6. Validierung

Vorbemerkungen

Im Gegensatz zur Version 1997 dieser Referenzmethode wird die relativ unempfindliche Wellenlänge von 202.6 nm verwendet statt der Standardwellenlänge von 285.2 nm. Dies erlaubt die Messung der Extrakte ohne Verdünnung, bedingt aber eine Hohlkathodenlampe mit Quarzfenster. (Gemäss unseren Informationen sind seit längerem keine anderen Hohlkathodenlampen mehr im Handel erhältlich.)

Im Gegensatz zur Version 1997 wird ab Version 2010 auf die Untergrundkompensation verzichtet (s. u.).

Da Calcium das dominierende Element in den Extrakten ist, bewirkt die Verwendung von Standards mit derselben Ca-Konzentration wie die Extrakte eine gute Matrixanpassung. Verglichen mit den 12.5 mMol Ca/L in der Extraktionslösung trägt das lösliche Ca der Proben wenig bei: 95% der Proben weisen im H₂O₁₀-Extrakt weniger als 36 mg Ca/L (0.9 mMol/L) auf (Stünzi, 2007).

Blindwerte

Bei jeder Messserie wurden 3 Blindwerte (50 ml Extraktionslösung behandelt wie eine Probe) mitgemessen. Seit anfangs 2003 waren alle diese Serienmittelwerte <0.13 Mg-Testzahlen und 99% der einzelnen Blindwerte differierten um ≤ 0.12 vom Serienmittelwert.

Präzision

Bei 4 Proben mit Mg-Testzahl 3 bis 36 wurden je mehrere Extrakte kombiniert und daraus je 10 Messungen durchgeführt. Die durchschnittliche Standardabweichung betrug 0.08 Mg-Testzahlen. Dasselbe gilt, wenn Standards und Proben 1:20 mit Extraktionslösung (0.0125 M CaCl₂ siehe Methode CCMg-Ex) verdünnt und bei 285.2 nm gemessen werden.

Reproduzierbarkeit der Messung im Labor

99 Dreifachbestimmungen anlässlich der Ringanalysen 2003-2008 gaben über den Gehaltsbereich von 2 bis 60 Mg-Testzahlen eine durchschnittliche Standardabweichung von 0.1 Testzahlen, resp. einen Variationskoeffizienten von 1 %.

19 Proben wurden während mehreren Jahren (2-7) durchschnittlich 60mal (17-124) analysiert. Die Standardabweichung von 0.3 Testzahlen (resp. 3 %) ist erwartungsgemäss etwas höher.

Wiederholbarkeit

Bei der Ringanalyse 2009 mit 5 Teilnehmern zeigten die 14 Proben mit Mg-Testzahl <15 eine durchschnittliche Standardabweichung von 0.3 Testzahlen, resp. alle 15 Proben einen durchschnittlichen Variationskoeffizienten von 4 %.

Robustheit

Von 19 Proben wurden in 2 Messserien je 3 Extrakte sowohl mit Extraktionslösung 1:20 verdünnt und bei 285.2 nm gemessen (entspricht Version 1997 von CC-Mg) als auch unverdünnt bei 202.6 nm. Die Mittelwerte pro Probe zeigten keinen signifikanten Unterschied (0.1 ± 0.1 Mg-Testzahlen). Die verwendeten Böden waren unterschiedlich, pH 5.4-8.0 mit 0-28% Kalk und 2-8% Humus. Die Messung mit Untergrundkompensation ergab ohne Ausnahme keinen signifikanten Unterschied (0.1 ± 0.1 Mg-Testzahlen, 1 ± 2 %, N = 142).

Arbeitsbereich

Die Kalibration entspricht dem Bereich von Mg-Testzahl 5-50 und deckt den Bereich für die Düngerbemessung gemäss GRUDAF (Mg-Testzahl 2 bis 29, Agroscope 2009) ab. Präzision, Reproduzierbarkeit und Robustheit genügen im ganzen Arbeitsbereich den Anforderungen der GRUDAF (± 1 Mg-Testzahl).

Richtigkeit

Die analytische Bestimmung von Magnesium in wässriger Lösung mittels Atomspektrometrie ist eine seit Jahrzehnten akzeptierte Standardmethode. Die erwähnte Übereinstimmung zwischen unterschiedlichen Messmethoden deutet auf die Richtigkeit der Resultate. Zudem hat das Labor der ART die in dieser Revision (1.2.2010) beschriebene Methode schon seit 1997 für die Ringanalysen angewendet und dabei gute Übereinstimmung mit Resultaten der anderen Teilnehmer erhalten.

7. Literatur

R. Flisch, S. Sinaj, R. Charles, W. Richner, 2009. „Grundlagen für die Düngung im Acker- und Futterbau (GRUDAF 2009“, AgrarForschung 16 (2), 28.

Stünzi, H. 2007: „Bodenuntersuchungsmethoden für K, Mg und Ca im Vergleich“, AgrarForschung 14(8), 358-363

8. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1 (1995)	Erstellung Methode		
Version 1.1 (1996)			
Version 1.2 (1997)			
Version 1.3 (2010)	Überarbeitung Methode	Definition Faltenfilter analog zu CO ₂ -Ex und H ₂ O ₁₀ -Ex Validierung	
Version 1.4 (2020)	editorisch	Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout	

Impressum

Herausgeber	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Auskünfte	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020