

Temperaturgradientenmethode für die Bestimmung von Corg

Version 1.0 (2021)

Code der Referenzmethode	TOC		Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	x
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)	x
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen	x
	Standortcharakterisierung		x
	Schadstoffbeurteilung		x
	Recyclingdünger	Kompost	
		Gärgut fest	
		Gärgut flüssig	
		Klärschlamm	
	Hofdünger	Mist	
Gülle			
Mineraldünger			
Pflanzkohle			
Forschungsmethoden			
Rechtliche Grundlagen / Vollzugshilfen	Messung von Nährstoffgehalten für den ökologischen Leistungsnachweis (ÖLN) laut der Direktzahlungsverordnung (DZV, Anhang 1, Ziffer 2) und 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	-	
	Messung	TOC	

Konzentrations- / Messbereich	Humusgehalt: 2 – 30%
Angabe der Ergebnisse	% TOC: 2 Dezimalstellen % Humus: eine Dezimalstelle; Humus [%] = 1.725 · TOC [%]
Äquivalente Methoden	Die Referenzmethode Corg (Dichromatoxidation) wird mittelfristig durch die Referenzmethode TOC ersetzt werden. Sie liefert für die meisten Bodenproben vergleichbare Resultate. Es ist im Bericht klar anzugeben mit welcher Methode gemessen wurde.
Sicherheit / Umwelt	Keine besonderen Massnahmen



Temperaturgradientenmethode für die Bestimmung von Corg

1. Prinzip

Die Parameter TOC 400 (total organic carbon oxidierbar bis 400°C), ROC (residual oxidizable carbon), sowie TIC (total inorganic carbon) werden laut der Variante B laut DIN 19'539 gemessen. Zuerst wird die Probe im Sauerstoffstrom bis 400° erhitzt, womit TOC 400 erhalten wird. Anschliessend wird die Temperatur im Stickstoffstrom auf 900° C erhöht und TIC wird gemessen. ROC wird bei dieser Temperatur, aber mit Sauerstoffstrom, erhalten. Der gesamte organische Kohlenstoff wird aus der Summe von TOC 400 und ROC gebildet.

2. Durchführung

Geräte und Apparaturen

- (A) Elementaranalysator, bei dem verschiedene Temperaturen mit dem Ofen in einem Durchgang angefahren werden können
- (B) Tiegel gereinigt und passend zum Gerät
- (C) Waage, Genauigkeit: 1 mg

Reagenzien

- (1) Sauerstoffgas mit Reinheit von 99.995%
- (2) Stickstoffgas mit Reinheit von 99.995%
- (3) Kalibrationsstandard mit beispielsweise je 2 % C-Gehalt für die Parameter TOC 400, ROC und TIC 900. Dieser Standard kann entweder gebrauchsfertig gekauft oder selbst hergestellt werden. Eine mögliche Herstellungsverfahren ist in der folgenden Tabelle angegeben:

Chemikalie	Kohlenstoffgehalt (%)	Einwaage (g)
Ammoniumoxalat monohydrat	16.9	2.37
Graphit	Vor Benutzung bestimmen*	0.40*
Kalk	12%	3.33
Aluminiumoxid	kohlenstofffrei	Auf 20 g auffüllen

*Einwaage basiert auf einem angenommenen Kohlenstoffgehalt von 100%, diese korrigieren mit dem tatsächlichen Wert.

- (3) Kontrollstandard mit beispielsweise 2% TOC400, 1.8% ROC und 2% TIC. Dieser Standard kann entweder gebrauchsfertig gekauft oder selbst hergestellt werden. Eine mögliche Herstellungsverfahren ist in der folgenden Tabelle angegeben:

Chemikalie	Kohlenstoffgehalt (%)	Einwaage (g)
Cellulose	44.45%	0.48
Aktivkohle	Vor Benutzung bestimmen*	0.2*
Kalk	12%	1.67
Aluminiumoxid	kohlenstofffrei	7.65

*Einwaage basiert auf einem angenommenen Kohlenstoffgehalt von 90%, diese korrigieren mit dem tatsächlichen Wert.

Arbeitsvorschrift

Durch verschiedene Einwaagen (C) des Kalibrationsstandards (3) mit denen der Bereich des zu messenden Kohlenstoffs in den Proben abgedeckt wird. Die Einwaage der Proben wird so gewählt, dass deren absoluter Kohlenstoffgehalt in diesem Bereich liegt.

Bei Agroscope wird das Gerät PRIMACS ATC100-IC-E von Skalar verwendet. Bei diesem Gerät werden 10 mg bis 1'200 mg des Kalibrationsstandards in die Tiegel gegeben. Das Gerät wird bis 24 mg C absolut kalibriert. Die Einwaage der Probe beträgt im Allgemeinen 100 mg.

Das Gerät muss nicht jedes Mal kalibriert werden. Dies ist nur nötig, wenn die Gehalte der Parameter vom Sollwert des Kontrollstandards (4) abweichen.

3. Berechnung

Die Berechnung zum %-Gehalt wird im Allgemeinen durch die Gerätesoftware durchgeführt.

Ist dies nicht der Fall, können die einzelnen Parameter TOC400, ROC oder TIC

- a gemessene C Konzentration in mg für TOC400, ROC oder TIC
- b Einwaage Probe in mg
- c Konzentration TOC 400, ROC oder TIC in %

$$c = \frac{a \cdot 100}{b}$$

Der gesamte organische Kohlenstoffgehalt wird folgendermassen berechnet:

$$\% \text{ TOC} = \% \text{ TOC 400} + \% \text{ ROC}$$

4. Resultatangabe

% TOC: 2 Dezimalstellen

% Humus: eine Dezimalstelle; Humus [%] = 1.725 · TOC [%]

5. Bemerkung

Die Summe von TOC 400 + ROC + TIC 900 ergibt den totalen Kohlenstoffgehalt und ist identisch mit dem totalen C-Gehalt wie er mit Elementaranalyse gemessen wird.

6. Literatur

DIN 19'539: 2016-12 Untersuchung von Feststoffen – Temperaturabhängige Differenzierung des Gesamtkohlenstoffs (TOC₄₀₀, ROC, TIC₉₀₀)

7. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1.0 (2021)	Erstellung Methode		

Impressum

Herausgeber	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich www.agroscope.ch/referenzmethoden
Auskünfte	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2021