

# Bestimmung von K und Mg im Wasserextrakt (1:10)

Version 4.1 (2020)

Code der Referenzmethode	H2O10-K-Mg		Mögliche Einsatzbereiche
Einsatzbereich	Düngeberatung	Ackerkulturen und Grasland	
		Gemüsebau (Freiland / Gewächshaus)	x
		Weinbau, Obstbau, Beerenanbau, Gewürz- und Medizinalpflanzen	x
	Standortcharakterisierung		
	Schadstoffbeurteilung		
	Recyclingdünger	Kompost	
		Gärgut fest	
		Gärgut flüssig	
		Klärschlamm	
	Hofdünger	Mist	
Gülle			
Mineraldünger			
Pflanzenkohle			
Forschung			
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	OW-PN	
	Probenaufbereitung	AF-OW-PA	
	Aufschluss	H2O10-Ex	
	Messung	H2O10-P, H2O10-K-Mg	

Konzentrations- / Messbereich	Laut GRUD oberer Bereich 75 mg K/kg Feinerde, ausser für Rebbau: 45 mg K / kg Feinerde 60 mg Mg/ kg Feinerde, ausser für Rebbau: 35 mg Mg/ kg Feinerde
Angabe der Ergebnisse	mg K/kg trockener Feinerde; eine Dezimalstelle mg Mg/kg trockener Feinerde; eine Dezimalstelle
Äquivalente Methoden	ICP-OES. Bei Differenzen gelten die Werte der F-AAS Messung.
Sicherheit / Umwelt	Keine besonderen Massnahmen



# K-Bestimmung im Wasserextrakt (1:10) mit F-AAS

## 1. Prinzip

Durch Extraktion der Bodenprobe mit Wasser wird leicht lösliches, den Pflanzen unmittelbar zur Verfügung stehendes Kalium des Bodens erfasst (Methode H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-Ex).

Kalium wird atomspektrometrisch in der Flamme bei einer Wellenlänge von 769.9 nm gemessen.

## 2. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Atomabsorptions-Spektrophotometer (AAS) mit Luft/Acetylen-Flamme, oxidierend (mager, blau).
- (B) Diverse Pipetten, Messkolben, Reagenzgläser.
- (C) Waage (0.1 g Teilung)

### Reagenzien

- (1) Demineralisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit < 5 µS/cm).
- (2) Salzsäure rauchend p.a., (w(HCl) = 37 %, M = 36.46 g/mol, d = 1.19).
- (3) Lanthan(III)-chlorid Heptahydrat p.a. (LaCl<sub>3</sub>·7H<sub>2</sub>O, M = 371.37 g/mol)
- (4) Lanthanchlorid-Lösungen:
  - (4a) Lanthanchlorid-Lösung mit 2 % w/v La: 53.2 g Lanthanchlorid (3) in einen 1000 ml Messkolben (B) einwiegen (C), 40 ml Salzsäure (2) dazugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
  - (4b) Lanthanchlorid-Lösung mit 0.2% w/v La: 100 ml von Lösung (4a) in einen 1000 ml Messkolben (B) geben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Standardlösung: 1000 mg K/L, gebrauchsfertig
- (6) Kalibrierlösungen:
  - (6a) 10.0 ml 2% La-Lösung (4a), auffüllen auf 100 ml mit H<sub>2</sub>O (1)  
= 0.0 mg K/L
  - (6b) 0.1 ml Standardlösung (5), 10 ml 2% La-Lösung (4a), auffüllen auf 100 ml mit H<sub>2</sub>O (1)  
= 1.0 mg K/L
  - (6c) 0.25 ml Standardlösung (5), 10 ml 2% La-Lösung (4a), auffüllen auf 100 ml mit H<sub>2</sub>O (1)  
= 2.5 mg K/L
  - (6d) 0.5 ml Standardlösung (5), 10 ml 2% La-Lösung (4a), auffüllen auf 100 ml mit H<sub>2</sub>O (1)  
= 5.0 mg K/L
  - (6e) 1 ml Standardlösung (5), 10 ml 2% La-Lösung (4a), auffüllen auf 100 ml mit H<sub>2</sub>O (1)  
= 10.0 mg K/L
  - (6f) 2 ml Standardlösung (5), 10 ml 2% La-Lösung (4a), auffüllen auf 100 ml mit H<sub>2</sub>O (1)  
= 20.0 mg K/L

### Arbeitsvorschrift

Zu 9.0 ± 0.5 ml Extrakt (Methode H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-Ex) im Messröhrchen wird 1 ml 2% La-Lösung (4a) gegeben. Das Kalium wird bei einer Wellenlänge von 769.9 nm mit dem AAS (A) gemessen.

Anmerkungen:

- Das Umschütten des Extrakts ins Messvial - ohne Zuhilfenahme von Pipetten etc. - vermindert die Kontaminationsgefahr. Die Einfüll-Genauigkeit von ± 0.5 ml beeinflusst das Endresultat um ± 0.5%.
- Je nach Gerätetyp kann im Absorptions- oder Emissionsmodus gearbeitet werden. Eventuell muss der Brenner zur Verringerung der Krümmung der Kalibrationskurve schief gestellt werden.

Wenn Verdünnungen notwendig sind, wird dazu 0.2% Lanthanlösung (4b) verwendet.

### 3. Berechnung

Extraktion: 10 g trockene Feinerde in 100 ml Extraktionslösung

Berechnung: Gehalt in mg/kg trockener Feinerde

$$a = \text{K-Konzentration der 1:1.11 verdünnten Extrakte in mg/L}$$

$$\text{mg K/kg trockenen Boden} = a \text{ [mg K/L]} \cdot \text{Verdünnungsfaktor} \cdot \frac{\text{Extraktionsvolumen [L]} / \text{Einwaage [kg]}}{1.11}$$

$$= a \cdot 1.11 \cdot 0.1 / 0.01 = a \cdot 11.1$$

Anmerkung: Andere Verdünnungen der Extrakte sind bei der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

### 4. Resultatangabe

mg K/kg trockener Feinerde; eine Dezimalstelle.

### 5. Bemerkungen

- Zur Kontrolle der Messwerte werden in jeder Serie 2-3 Referenzböden mituntersucht.
- Messtechnisch konventioneller wäre eine 10fache Verdünnung und dann Messung bei der Standardwellenlänge von 766.5 nm. Dies brächte aber ein grösseres Kontaminationsrisiko, insbesondere durch die Waschmittel!
- Die Blindwerte der filtrierten 0.125 mM CaCl<sub>2</sub>-Lösungen sind auch bei H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-K realistischer als Blindwerte mit Wasser, da die H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-Extrakte Ca<sup>2+</sup> aus den Proben enthalten (siehe H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-Ex und Stünzi, 2010). Bei kleinen, konstanten Werten für die Blindwerte kann eine Korrektur (siehe H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-Mg) die Resultate verbessern; bei hohen Blindwerten ist die Messserie zu wiederholen.

### 6. Validierung

#### Präzision:

10fach-Bestimmung an 3 Extrakten ergab folgende Kennzahlen:

H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K (mg K / kg)	5.4	81.3	119.5
Standardabweichung (mg K / kg)	0.04	0.4	1.0
Variationskoeffizient	1%	0.5%	1%

#### Reproduzierbarkeit, Robustheit und Richtigkeit:

Siehe Methode H<sub>2</sub>O<sub>10</sub>-Ex

# Mg-Bestimmung im Wasserextrakt (1:10) mit F-AAS

## 7. Prinzip

Durch Extraktion der Bodenprobe mit Wasser wird leicht lösliches, den Pflanzen unmittelbar zur Verfügung stehendes Magnesium des Bodens erfasst (Methode H2O10-Ex).

Magnesium wird mit Atomabsorptionsspektrometrie in der Flamme bei einer Wellenlänge von 285.2 nm gemessen.

## 8. Durchführung

### Apparaturen und Geräte

- (A) Atomabsorptions-Spektrophotometer (AAS) mit spezifischer Lampe Luft/Acetylen-Flamme, oxidierend (mager, blau).
- (B) Diverse Pipetten, Messkolben, Reagenzgläser.
- (C) Waage (0.1 g Teilung)

### Reagenzien

- (1) Demineralisiertes Wasser (H<sub>2</sub>O, Leitfähigkeit < 5 µS/cm).
- (2) Salzsäure rauchend p.a., (w(HCl) = 37 %, M = 36.46 g/mol, d = 1.19).
- (3) Lanthan(III)-chlorid Heptahydrat p.a. (LaCl<sub>3</sub>·7H<sub>2</sub>O, M = 371.37 g/mol).
- (4) Lanthanchlorid-Lösung mit 0.2% w/v La: 26.6 g Lanthanchlorid (3) in einen 5000 ml Messkolben (B) einwiegen (C), 20 ml Salzsäure (2) dazugeben und mit H<sub>2</sub>O (1) bis zur Marke auffüllen.
- (5) Standardlösungen:
  - (5a) Standardlösung A (1000 mg Mg/L), gebrauchsfertig
  - (5b) Standardlösung B (2 mg Mg/L):  
In einen 500 ml-Messkolben werden 1 ml der Standardlösung A (5a) pipettiert. Mit Lanthanlösung (4) bis zur Marke auffüllen.
- (6) Kalibrierlösungen:
 

(6a) Lanthanlösung 0.2% (4)	= 0.00 mg Mg/L
(6b) 2 ml Standardlösung B (5b), auffüllen auf 100 ml mit Lösung (4)	= 0.04 mg Mg/L
(6c) 5 ml Standardlösung B (5b), auffüllen auf 100 ml mit Lösung (4)	= 0.10 mg Mg/L
(6d) 10 ml Standardlösung B (5b), auffüllen auf 100 ml mit Lösung (4)	= 0.20 mg Mg/L
(6e) 25 ml Standardlösung B (5b), auffüllen auf 100 ml mit Lösung (4)	= 0.50 mg Mg/L

### Arbeitsvorschrift

Die zu messenden Extrakte und Blindwerte (Methode H2O10-Ex) werden nach 1:10-Verdünnung mit Lösung (4) bei einer Wellenlänge von 285.2 nm mit dem AAS (A) gemessen.

Wenn weitere Verdünnungen notwendig sind, wird dazu Lösung (4) verwendet.

#### Anmerkungen:

- Der Zusatz von Lanthan dient der Vermeidung von Ca- und Mg-Phosphatbildung sowie als Ionisationspuffer.
- Da für Ca dieselbe Verdünnung 1:10 verwendet wird, können kombinierte Kalibrationslösungen mit Ca und Mg (siehe H2O10-Ca) hergestellt werden.
- Die Blindwerte sind filtrierte 0.125 mM CaCl<sub>2</sub>-Lösungen (siehe H2O10-Ex und Stünzi, 2010)

## 9. Berechnung

Extraktion: 10 g trockene Feinerde in 100 ml Extraktionslösung

Berechnung: Gehalt in mg/kg trockener Feinerde

a = Mg-Konzentration der 1:10 verdünnten Extrakte in mg/L

b = Durchschnitt der Mg-Konzentrationen der 1:10 verdünnten Blindwerte in mg/L

$$\begin{aligned} \text{mg Mg/kg trockener Boden} &= (a-b) [\text{mg/L}] \cdot \text{Verdünnungsfaktor} \cdot \text{Extraktionsvolumen [L]} / \\ \text{Einwaage [kg]} & \\ &= (a-b) \cdot 10 \cdot 0.1 / 0.01 = (a-b) \cdot 100 \end{aligned}$$

*Anmerkung: Weitere Verdünnungen der Bodenextrakte sind bei der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.*

## 10. Resultatangabe

mg Mg/kg trockener Feinerde; eine Dezimalstelle.

## 11. Bemerkungen

- Zur Kontrolle der Messwerte werden in jeder Serie 2-3 Referenzböden mituntersucht.
- Viele Filterpapiere enthalten etwas Mg, das durch Ionenaustausch mit dem  $\text{Ca}^{2+}$  der Extrakte freigesetzt wird. Der Fehler durch kleine derartige Mg-Kontaminationen kann durch Berücksichtigung des Blindwerts (filtrierte 0.125 mM  $\text{CaCl}_2$ ) kompensiert werden.
- Wenn die Mg-Konzentrationen der 1:10 verdünnten Blindwerte grösser sind als 0.01 mg/L (entspricht 1 mg Mg/kg), muss die Serie mit anderen Filtern wiederholt werden (Stünzi, 2010).

## 12. Validierung

### Präzision:

10fach-Bestimmung an 3 Extrakten ergab folgende Kennzahlen:

H2O10-Mg (mg Mg / kg)	6.1	17.4	38.6
Standardabweichung (mg Mg / kg)	0.05	0.1	0.2
Variationskoeffizient	0.7%	0.3%	0.6%

### Reproduzierbarkeit, Robustheit und Richtigkeit:

Siehe Methode H2O10-Ex

## 13. Literatur

Stünzi, H. 2010: NewsLetter 1/2010 der Arbeitsgruppe BDS, Boden-, Dünger- und Schadstoffanalytik (AG2) der Koordinationsgruppe Boden und Düngung (KBD), Seiten 2-5 (s.

[http://www.agroscope.admin.ch/data/publikationen/1288878543\\_Bachmann\\_HJ\\_Newsletter\\_1\\_2010.pdf](http://www.agroscope.admin.ch/data/publikationen/1288878543_Bachmann_HJ_Newsletter_1_2010.pdf))

## 14. Historie

Version	Art der Änderung	neu	bisher
Version 1 (1995)	Erstellung Methoden H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K und H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg		
Version 1.1 (1996)			
Version 1.2 (1997)			
Version 1.3 (1999)	Änderung Einsatzbereich  Methodenänderung	H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K und H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg Spezialkulturen Freiland  H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg Kapitel 2: Anpassung der Lanthanchloridkonzentration	Obst-, Wein- und Gartenbau
Version 2.0 (2004)	Vollständige Überarbeitung und Validierung	H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K und H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg Lanthankonzentration wurde auf 0.2% reduziert  Kalibrationsbereich wurde den Gehalten von landwirtschaftlich genutzten Böden angepasst.  Herstellung der Kalibrationsstandards aus der 1000 ppm Standardlösung	
Version 3.0 (2008)	Methodenanpassung	H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K und H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg Validierung: Einfluss des verwendeten Filterpapiers	
Version 4.0 (2012)	Methodenanpassung	H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K Kapitel 5: Behandlung der Blindwerte  H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg Kapitel 2, 3, 5: Berücksichtigung der Blindwerte	
Version 4.1 (2020)	editorisch	Elektronische Veröffentlichung mit geändertem Layout Zusammenführen der Methoden H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -K und H <sub>2</sub> O <sub>10</sub> -Mg in eine Methode	

### Impressum

Herausgeber	Agroscope Reckenholzstrasse 191 8046 Zürich <a href="http://www.agroscope.ch/referenzmethoden">www.agroscope.ch/referenzmethoden</a>
Auskünfte	Diane Bürge
Copyright	© Agroscope 2020