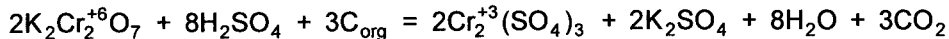


Referenzmethoden der Forschungsanstalten Agroscope		
Band 1: Bodenuntersuchung zur Düngeberatung	Code	Corg
	Einsatz-Bereich	Düngeberatung Standort-Charakterisierung Schadstoff-Beurteilung
Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffs (C _{org})		Seite 1 von 3

1. Prinzip

Als Humus werden alle organisch gebundenen Formen des Kohlenstoffes im Boden (C_{org}) bezeichnet. Als Standard-Umrechnungsfaktor von C_{org} zu Humus wird 1.725 verwendet.

Die organische Substanz wird durch ein Kaliumdichromat-Schwefelsäuregemisch nach der Formel



zu Kohlensäure und Wasser zersetzt.

Zu einer genau abgewogenen Menge Boden wird ein abgemessenes Quantum Kaliumdichromat zugesetzt. Das nicht für die Zersetzung der organischen Substanz verbrauchte Kaliumdichromat wird rüchtitriert; der Anteil des verbrauchten Kaliumdichromats ist dann proportional zum C_{org}-Gehalt des Bodens.

2. Durchführung

Apparaturen und Geräte:

- (A) Schwingscheibenmühle, evtl. Mörser und Stößel
- (B) Analytische Waage (0.001 g Teilung)
- (C) Messkolben, 1000 ml
- (D) Bechergläser, 250 ml, hohe Form
- (E) Automatische Vollpipetten oder Dispenser
- (F) Kleine Trichter, Ø ca. 7 cm, mit abgeschnittenem Auslauf
- (G) Heizbad bis 150 °C
- (H) Stoppuhr
- (I) Kühlbad
- (J) Messzylinder 100 ml
- (K) Dosimat mit Titrieraufsatz (z.B. METROHM)
- (L) Exsikkator

Reagenzien:

- (1) Demineralisiertes Wasser (H₂O, Leitfähigkeit < 5 µS/cm).
- (2) Kaliumdichromat-Lösung 8 %:
80 g pulverisiertes, reines Kaliumdichromat (K₂Cr₂O₇, M = 294.18 g/mol) werden in 1000 ml H₂O (1) (eventuell gefördert durch schwaches Erwärmen oder Schütteln) gelöst.
- (3) Kaliumdichromat-Urtiterlösung 0.067 M:
Etwa 21 g Kaliumdichromat (K₂Cr₂O₇, M = 294.18 g/mol) während 3 Std. bei 105°C trocknen, danach im Exsikkator (L) abkühlen lassen. 19.612 g getrocknetes Kaliumdichromat in einen 1000 ml-Messkolben (C) einwiegen und mit H₂O (1) bis zur Marke auffüllen, Löslichkeit eventuell durch schwaches Erwärmen oder Schütteln fördern. Eine Urtiterlösung kann etwa 6 Monate verwendet werden.
- (4) Schwefelsäure konz. (H₂SO₄, M = 98.08 g/mol, d = 1.84, 95-97 %).
- (5) Natriumfluorid (NaF, M = 41.99 g/mol).
- (6) Diphenylamin-Lösung 0.4 %:
0.5 g Diphenylamin ((C₆H₅)₂NH, M = 169.23 g/mol) werden in 100 ml konz. Schwefelsäure (4) gelöst. Diese Lösung wird auf 20 ml H₂O (1) gegossen und nach dem Abkühlen in einer braunen Tropfflasche aufbewahrt.

Methode erstellt		Überarbeitet		Geprüft und freigegeben		Revisionsstand	
am	durch	am	durch	am	durch	Version	ersetzt Version
13.01.95	FAL / Jä	24.01.98	FAL / WK	27.01.98	FAL, FAW, RAC	01.02.98	Jan. 95

Referenzmethoden der Forschungsanstalten Agroscope		
Band 1: Bodenuntersuchung zur Düngeberatung	Code	Corg
	Einsatz-Bereich	Düngeberatung Standort-Charakterisierung Schadstoff-Beurteilung
Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffs (C _{org})		Seite 2 von 3

(7) Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung (Mohr-Salz) 0.4 M:

In einem Literkolben (C) werden 157 g Ammoniumeisen(II)-sulfat-Hexahydrat p.a. $((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$, $M = 392.14 \text{ g/mol}$ in 500 ml H₂O (1) gelöst; anschliessend 40 ml konz. Schwefelsäure (4) zugeben und nach dem Abkühlen bis zur Marke auffüllen. Diese Lösung ist vor jeder Bestimmung neu herzustellen.

• *Anmerkung: Für jede 0.4 M Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung muss der Konzentrationsfaktor f gegenüber einer genau eingestellten 0.067 M Kaliumdichromat-Lösung („Urtiterlösung“) gemäss folgendem Vorgehen neu bestimmt werden:*

5 ml 0.067 M Kaliumdichromat-Urtiterlösung (3) in 250 ml Becherglas geben, danach 2 ml H₂SO₄ konz. (4), 100 ml H₂O (1), einen Löffel Natriumfluorid (5) sowie 4 bis 5 Tropfen Diphenylaminlösung hinzufügen; anschliessend mit 0.4 M Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung (7) titrieren.

(8) Quarzsand geglüht, frei von organischer Substanz.

Arbeitsvorschrift:

- Einwaage des pulverisierten Bodens (A) in 250 ml Becherglas (D), je nach voraussichtlichem Humusgehalt 0.1 bis 0.5 g. Zugabe von 5 ml K₂Cr₂O₇-Lösung (2) und anschliessend 7.5 ml Schwefelsäure konz. (4) mit automatischen Vollpipetten oder Dispenser (E). Verfärbt sich die Lösung grünlich, so ist die K₂Cr₂O₇-Vorlage zu klein; in diesem Fall werden portionenweise je 2 ml K₂Cr₂O₇ (2) und 3 ml H₂SO₄ konz. (4) zugegeben, bis die Lösung eine schmutzig-braune Farbe annimmt. Nun setzt man die kleinen Trichter (F) auf die Bechergläser und stellt die Proben 7 Minuten in ein 150°C heisses Heizbad (D). Dann lässt man das Kondensationswasser über dem Heizbad (D) vom kleinen Trichter abtropfen, entfernt die Trichter, und stellt die Bechergläser ins Kühlbad (I). Nach dem Abkühlen der Proben auf Zimmertemperatur, Zugabe von 100 ml H₂O (1) mit dem Messzylinder (J).

• *Anmerkungen:*

- 1. Die Bodenprobe kann auch in einem Mörser pulverisiert werden. Die Bodeneinwaage muss ausreichend gross sein, um repräsentativ zu bleiben, andererseits klein genug, damit der gesamte organisch gebundene Kohlenstoff oxidiert werden kann.*
- 2. Um den Reagenzienverbrauch zu verringern, können auch portionenweise je 2 ml K₂Cr₂O₇-Lösung (2) und 3 ml Schwefelsäure konz. (4) zugegeben werden; die zugegebene Menge muss bei der Berechnung entsprechend berücksichtigt werden.*
- 3. Um Verunreinigungen der Probenlösung mit Heizbadflüssigkeit zu vermeiden, dürfen die kleinen Trichter nicht in die Bechergläser hinein abgespült werden!*
- 4. Die Titrierbedingungen können verbessert werden, wenn man die Festsubstanz in den Bechergläsern nach Oxidation der organischen Substanz noch etwa 1 Stunde lang sedimentieren lässt und danach aus dem Überstand ein Aliquot von 40 ml in ein Becherglas mit 40 ml H₂O (1) pipettiert; anschliessend erfolgt die Titration.*

- Vor der Titration werden ein Löffel Natriumfluorid (5) (0.5 g NaF (6) pro ml zugesetzte Schwefelsäure (4)) sowie 3 bis 4 Tropfen Diphenylaminlösung (6) zugegeben. Anschliessend erfolgt die Titration (H) mit Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung (7), bis die intensiv blaue Farbe plötzlich in ein helles Grün umschlägt.

- In jeder Analysenserie werden zusätzlich 2 Blindansätze untersucht, die anstelle von Erde eine Prise reinen Quarzsand (8) enthalten.

• *Anmerkung: Zu Kontrollzwecken wird die regelmässige Bestimmung einer Probe mit bekanntem Humusgehalt empfohlen.*

3. Berechnung

Die verbrauchte Menge Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung entspricht dem von der organischen Substanz nicht reduzierten Kaliumdichromat.

Methode erstellt		Überarbeitet		Geprüft und freigegeben		Revisionsstand	
am	durch	am	durch	am	durch	Version	ersetzt Version
13.01.95	FAL / Jä	24.01.98	FAL / WK	27.01.98	FAL, FAW, RAC	01.02.98	Jan. 95

Referenzmethoden der Forschungsanstalten Agroscope		
Band 1: Bodenuntersuchung zur Düngeberatung	Code	C _{org}
	Einsatz-Bereich	Düngeberatung Standort-Charakterisierung Schadstoff-Beurteilung
Bestimmung des organisch gebundenen Kohlenstoffs (C _{org})		Seite 3 von 3

Berechnungselemente und Berechnungsformeln:

- V_{UT} = Vorlage Reagens (3) („Urtiterlösung“) (ml)
 T_{UT} = Verbrauchte Menge Reagens (7) für die Titration der „Urtiterlösung“ (ml)
 T_{BW} = Verbrauchte Menge Reagens (7) für die Titration des Blindansatzes (ml)
 T = Verbrauchte Menge Reagens (7) für die Titration der Bodenprobe (ml)
 f = Konzentrationsfaktor f zwischen Reagens (3) („Urtiterlösung“) und Reagens (7) 0.4 M Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung ()
 E_B = Einwaage Boden (g)
 C_{org} = Gravimetrischer Gehalt an organisch gebundenem Kohlenstoff (Gew.%)
 H = Gravimetrischer Humusgehalt (Gew.%)
 $f = \frac{V_{UT}}{T_{UT}}$

$$C_{org} = (T_{BW} - T) \cdot f \cdot 0.0012 \cdot \frac{100}{E_B} = \frac{(T_{BW} - T) \cdot f \cdot 0.12}{E_B}$$

$$H = C_{org} \cdot 1.725$$

- Anmerkung: 2 Mol Kaliumdichromat ($2 \cdot 294.2 \text{ g}$) setzen 3 Mol Kohlenstoff ($= 3 \cdot 12 \text{ g}$) um, 1 g Kaliumdichromat demnach 61.2 mg C. 1 ml 0.4 M Ammoniumeisen-II-sulfat-Lösung (3) entspricht 0.0196 g Kaliumdichromat; diese Menge vermag 0.0012 g C umzusetzen.

4. Resultatangabe

- % C_{org}; 2 Dezimalstellen.
- % Humus; eine Dezimalstelle

5. Bemerkungen

- Die Reaktion ist ein Oxidations-Reduktionsvorgang. Verfälschend wirken deshalb oxidierbare Verunreinigungen in der Analysenprobe, z.B. Metallteilchen oder oxidierbare anorganische Verbindungen.
- Proben, die mehr als drei K₂Cr₂O₇-Zugaben benötigen, sind mit Quarzsand (8) zu verdünnen. Die Verdünnung ist bei der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.
- Lösungen, die Chrom enthalten, sind als Chemikalienabfälle gesondert zu sammeln und zu entsorgen. Eventuell noch vorhandenes K₂Cr₂O₇ kann mit Na₂SO₃ reduziert werden (bis die Lösung grünlich verfärbt).

Methode erstellt		Überarbeitet		Geprüft und freigegeben		Revisionsstand	
am	durch	am	durch	am	durch	Version	ersetzt Version
13.01.95	FAL / Jä	24.01.98	FAL / WK	27.01.98	FAL, FAW, RAC	01.02.98	Jan. 95