

Umwelt

Bodenanalyse mit Röntgen-Fluoreszenzspektrometrie

Johanna Buschmann¹, Jochen Mayer², Diane Bürge², Daniel Annen² und Hans Jörg Bachmann²

¹Universitätsspital Zürich, Sternwartstrasse 14, CH-8091 Zürich

²Forschungsanstalt Agroscope Reckenholz-Tänikon ART, CH-8046 Zürich

Auskünfte: Hans Jörg Bachmann, E-Mail: hans-joerg.bachmann@art.admin.ch, Tel. +41 44 377 71 50

Zusammenfassung

Die vorliegende Studie hatte das Ziel, Feldproben der Forschungsanstalt Agroscope Reckenholz-Tänikon ART mittels Röntgen-Fluoreszenzspektrometrie (RFS) zu analysieren und die Resultate mit denen anderer analytischer Methoden für die Charakterisierung des Bodens zu vergleichen. Die Erarbeitung von Homogenitätskriterien soll es erlauben, in einer Ackerparzelle homogene Bodeneinheiten für einen Langzeitversuch zu lokalisieren.

Vorerst wurde eine Methode zur Bestimmung des Gesamtgehalts von Fe, Ca, K, P, Si, Al, Mg und Na mit RFS entwickelt und zur Analyse der Bodenproben verwendet. In den gleichen Proben waren bereits früher mit Referenzmethoden Nährstoffgehalte sowie weitere Kenngrößen bestimmt worden. Im zweiten Teil wurden aus der Gesamtheit der Resultate drei verschiedene Parametersätze als Werkzeug zur Beurteilung der Bodenhomogenität bestimmt: Erstens die Ton-Mineral-Homogenität, die aus den Gesamtgehalten an Fe, K, P, Al, Mg und Na besteht, die alle nur mittels RFS bestimmt werden können; zweitens die Kalk/Dolomit-Homogenität, sie erfasst Gesamt-Ca, Gesamt-Mg, Carbonat, pH sowie Ca und Mg mit Ammoniumacetat-EDTA extrahiert (AAE10-Ca und AAE10-Mg); drittens die Kohlenstoff-Nährstoff-Homogenität mit organischem Kohlenstoff, Gesamt-N, AAE10-P und AAE10-K. Diese mit unterschiedlichen Methoden gewonnenen, voneinander unabhängigen Kriterien erlauben eine umfassendere und robustere Beurteilung der Feldhomogenität.

Abb. 1. Mit dem Röntgen-Fluoreszenzspektrometer können bis zu 13 Bodenproben vollautomatisch analysiert werden. (Foto: H. J. Bachmann, Agroscope ART)

Für die quantitative Analyse von geologischen Proben bezüglich ihres Gesamtgehalts an Haupt- und Nebenelementen wird oft die wellenlängendispersive Röntgen-

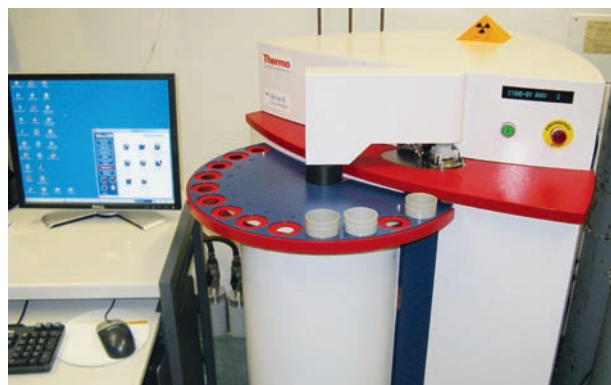
Fluoreszenzspektrometrie (RFS) verwendet (Longerich 1995; Revenko 2002; Zambello und Enzweiler 2002; Enzweiler und Vendemiato 2004). Die RFS ist eine nicht-destruktive, schnelle Analysenmethode von hoher Präzision und Reproduzierbarkeit. Sie kann auch zur einfachen Bestimmung von Gesamtgehalten von Elementen in landwirtschaftlichen Bodenproben eingesetzt werden. Hierzu wird ein Pressling der zu untersuchenden Bodenprobe mit einer Röntgenröhre bestrahlt (Abb.1). Dadurch werden alle Elemente in der Probe angeregt und jedes davon gibt

seine charakteristische Strahlung ab. Die gemessenen Intensitäten dieser Strahlungen sind primär proportional zur Konzentration der Elemente der Probe, was zur Gehaltsbestimmung verwendet wird. Die Intensitäten hängen aber auch stark von der Probenmatrix ab und können sich gegenseitig beeinflussen, was bei der Berechnung der Konzentration aus der Fluoreszenzintensität berücksichtigt werden muss.

Die analysierten Presslinge sind aus getrockneten und gemahlten Bodenproben einfach herzustellen und können unter Feuchtigkeitsschluss mindestens ein Jahr lang gelagert werden. Für diese Messmethode sind weitaus weniger Chemikalien und arbeitsintensive Schritte nötig, als bei konventionellen Bodenanalysen mit nasschemischen Aufschlüssen. Mit den Gesamtgehalten stehen für die Beurteilung von Böden zusätzliche Kenngrößen zur Verfügung, die mit den üblichen agrilkulturchemischen Analysemethoden nicht bestimmt werden können.

Material und Methoden

Der Schlag 110 von ART Reckenholz ist 90 m breit, 181 m lang und wurde im Hinblick auf das Anlegen eines langjährigen Feldversuches untersucht. Es wurden fünf Horizonte beprobt: 0 bis 20 cm Tiefe, 20 bis 40 cm, 40 bis 60 cm, 60 bis 80 cm und 80 bis 100 cm. Bei den obersten beiden Bodenproben mit einer Röntgenröhre bestrahlt (Abb.1). Dadurch werden alle Elemente in der Probe angeregt und jedes davon gibt



ten je 50 Proben im 20-Meterraster waren. Diese Proben wurden gemäss den Referenzmethoden aufbereitet und auf die Nährstoffe für die Düngerbemessung analysiert (Referenzmethoden 1996 bis 2008). Dies sind Gesamt-N, pH (CaCl₂ und H₂O), Carbonat, organischer Kohlenstoff, sowie AAE10-P, -K, -Ca und -Mg, d.h. P, K, Ca und Mg mit Ammoniumacetat-EDTA im Verhältnis 1:10 extrahiert (AAE10-Methode, Stünzi 2006). Aus der feingemahlten Teilprobe wurden Presslinge für die RFS hergestellt. Die Referenzböden aus dem Ringversuchsprogramm International Soil-Analytical Exchange (ISE) von WEPAL (Wageningen Evaluation Programme for Analytical Laboratories, Wageningen/NL) lagen bereits vergleichbar fein vor und wurden ohne weitere Bearbeitung verwendet.

Für die Herstellung der Presslinge wurden 0,5 g getrockneter und feingemahlener Boden sowie 10 g Borsäure (pa) als Trägermaterial eingewogen und in der Pressschablone von 40 mm Durchmesser mit 25 Tonnen während 180 Sekunden gepresst (semi-automatische Presse, Atlas Power T25, Portmann Instruments AG, 4105 Biel-Benken, Schweiz). Die Presslinge wurden in einem wellenlängendispersiven Röntgen-Fluoreszenzspektrometer (ARL Optim'X, Thermo Electron Corp., Schweiz) analysiert, das mit einer Rhodium-Röhre von maximal 50 W Leistung ausgestattet ist.

Im ersten Teil unserer Untersuchung ging es darum, die in den Bodenproben mit RFS gemessene Intensität der Strahlung für Fe, Ca, K, P, Si, Al, Mg und Na in Konzentrationen umzurechnen. Hierzu wurde das allgemein verwendbare Auswertungsprogramm UniQuant®5 eingesetzt, das auf einer so genannten Fundamentalparameter-Kalibration mit reinen Elementen basiert.

Mit ihr werden die Empfindlichkeiten und die Intensitätsverhältnisse der Elementstrahlungen für die Gehaltsberechnung bestimmt. Für jede Probenart muss sowohl der Einfluss der Probenmatrix auf die Intensitäten erfasst werden, als auch die Untergrundstrahlung, welche hauptsächlich von der Bestrahlung der Röhre stammt. Für Bodenproben ist eine solche reine Matrixmessung nicht möglich, weil die analysierten Hauptelemente einerseits auch einen Grossteil der Matrix bilden und andererseits in ganz unterschiedlichen Konzentrationsverhältnissen vorliegen. Aus diesem Grund wurden Modell-Bodenmatrices konstruiert, die den realen Bodenproben möglichst gut entsprechen und dadurch eine genaue und präzise Konzentrationsberechnung ermöglichen.

Aufstellen einer Modell-Bodenmatrix

Aus dem Ringversuchsprogramm ISE wurden sechzehn möglichst unterschiedliche Bodenproben ausgewählt und mit RFS gemessen. Die so erhaltenen Intensitäten der in dieser Studie untersuchten Elemente Fe, Ca, K, P, Si, Al, Mg und Na wurden durch lineare Regression mit den Referenzwerten der Ringversuche verglichen. Fünf der Böden zeigten bei allen Elementkonzentrationen nur geringe Abweichungen von der Regressionsgeraden und wiesen somit einen gleichmässigen Matrixeinfluss auf. Sie dienen als Grundlage für die Konstruktion einer durchschnittlichen Modell-Bodenmatrix (Matrix 1). Dann wurde durch Vergleich mit einem reinen Borsäurepressling der Verlauf der Untergrundstrahlung im Modell angepasst. Anschliessend wurden die Empfindlichkeitsfaktoren auf möglichst gute Übereinstimmung der berechneten Konzentrationen mit den Referenzwerten von ISE optimiert.

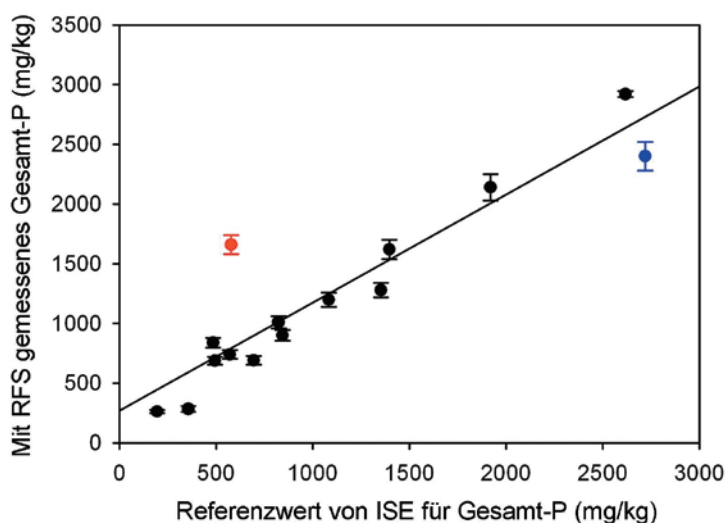
Das Schwergewicht bei dieser

Optimierung lag dabei auf der Übereinstimmung von P. Dies ist einerseits analysetechnisch bedingt: Der Konzentrationsbereich und die Eigenschaften des Elements erlauben eine genügend robuste Messung, die sensibler als die anderer Elemente auf die Qualität des Modells reagiert. Andererseits ist P für die Landwirtschaft von besonderem Interesse. Mit den eingesetzten Referenzmethoden wird nur das im verwendeten Extraktionsmittel lösliche Phosphat erfasst (Stünzi 2006; Stünzi 2006a), dessen Interpretation für pflanzenbauliche Versuche entscheidend ist. Rückschlüsse auf den Gesamtgehalt von P im Boden sind damit nicht möglich. Deshalb kann eine P-Anreicherung nur mit einer möglichst präzisen Bestimmung von Gesamt-P erfasst werden.

Gesamt-P-Gehalte in 16 ISE-Böden

In Abbildung 2 ist die Beziehung zwischen den berechneten Gesamt-P-Konzentrationen aus RFS-Messungen und den Referenzwerten von ISE ($y = 0,905x + 269$ mit $R^2 = 0,855$) aufgetragen. Zwei Ausreisser sind deutlich erkennbar, zum einen eine Probe (roter Punkt), welche von einem eisenarmen Boden stammt. Eisenarme Böden zeigten unter Berücksichtigung der Resultate aller untersuchten Elemente und bei Verwendung der oben beschriebenen Modell-Bodenmatrix 1 starke Abweichungen von den Referenzwerten. Deshalb wurde für eisenarme Böden, bei denen eine definierte Fe-Strahlungsintensität unterschritten wurde, eine zweite Modell-Bodenmatrix (Matrix 2) nach oben beschriebenem Rezept konstruiert und zur Berechnung eingesetzt. Mit Matrix 2 stimmten die Konzentrationsberechnungen aller untersuchten Elemente, also Fe, Ca, K, P, Si, Al, Mg und Na, für eisenarme Böden besser mit den Referenzwerten überein, erreichten aber nicht die gleiche Qualität wie die Berechnungen

Abb. 2. Lineare Regression der mit Röntgen-Fluoreszenzspektrometrie bestimmten Gesamt-P-Konzentration zu den Referenzwerten des Ringversuches ISE. Die Fehlerbalken der berechneten Konzentrationen stellen die Standard-Fehler dar.



der anderen Böden mit Matrix 1. Dies kann mit der vergleichsweise niedrigen P-Konzentration eisenarmer Böden sowie mit dem Korngrösseneffekt erklärt werden. Eisenarme Böden haben oft eine sandige Textur und weisen somit eine breitere, weniger einheitliche Korngrössenverteilung in der Probe auf. Dies kann die Messung beeinträchtigen, weil die RFS die untersuchten Elemente hauptsächlich in der Probenoberfläche erfasst.

Beim zweiten Ausreisser (blauer Punkt), einer Fluss-Ton-Probe mit hohem Gesamt-P-Gehalt, konnte nicht geklärt werden, weshalb die Messung mit RFS vom Referenzwert abwich. Möglicherweise ist P nicht ganz homogen in der Probe verteilt, was sich wegen der hauptsächlichlichen Oberflächenmessung mit RFS negativ auswirken kann.

Lässt man die beiden Ausreisser weg, verbessern sich die Regressionsparameter und das Bestimmtheitsmass deutlich zu $y = 1,066x + 73$ mit $R^2 = 0,971$. Die Verbesserung zeigt sich auch daran, dass die Steigung näher bei 1 liegt und der Achsenabschnitt kleiner ist.

Andere Elemente

Generell dürfen die berechneten Resultate als genau angesehen

werden, wenn sie innerhalb von zwei Standard-Abweichungen der Referenzwerte fallen (Zambello und Enzweiler, 2002). Im Allgemeinen erfüllen unsere Resultate für Fe, Ca, K, P, Si und Al dieses Qualitätskriterium, wobei P wegen des tieferen Konzentrationsbereichs am stärksten streut. Na und Mg weisen zu hohe durchschnittliche Wiederfindungen und beträchtliche Streuungen auf. So lagen die berechneten Mg-Konzentrationen bei zehn von 16 Proben ausserhalb des Bereichs von zwei Standardabweichungen der Referenzwerte, bei Na waren es deren sechs. Die beiden Elemente sind neben Fluor diejenigen mit dem niedrigsten Atomgewicht, die mit RFS noch analysiert werden können. Sie weisen die niedrigste Empfindlichkeit sowie die grösste Beeinflussung durch mineralogische und Korngrössen-Effekte auf, vor allem wenn Presslinge analysiert werden (Enzweiler und Vendemiato 2004). Die Überprüfung der Berechnung zeigte einen grossen Einfluss der Untergrundstrahlung durch die verwendete Rhodium-Röhre. Eine bessere Korrektur der Untergrundstrahlung im Modell ist möglich, dazu wäre allerdings eine grössere Anzahl von Referenzproben notwendig.

Gesamt-P als Homogenitätskriterium?

Die Bodenheterogenität kann sich bei verschiedenen Versuchsvorgehen negativ auswirken und die Resultate verfälschen. Deshalb war ein Ziel dieser Arbeit, für den Schlag 110 (Standort Reckenholz) die homogenen Teile des Feldes für Langzeitversuche zu bestimmen. Die Frage war, welche Parameter einzeln oder in Kombination als Homogenitätskriterium dienen könnten. Insbesondere wurde der Fokus auf den Gesamt-P-Gehalt gelegt. Es sind vor allem Bodenbildungsprozesse, welche die Unterschiede im P-Gehalt verursachen, oder sie sind anthropogenen Ursprungs wie zum Beispiel die Anreicherung von P durch den Abbau von pflanzlichen Rückständen, die Verlagerung des Oberbodens (Kolluvien) oder das Auffüllen eines ausgetrockneten Baches. Hingegen verändern die Ausbringung von Gülle und Mineraldüngern oder im Boden eingebaute Drainage-Systeme die Gesamt P-Gehalte nur unwesentlich. Die jährliche Düngergabe trägt nur etwa einen Hundertstel zum Gesamt P-Gehalt bei und wird von den Pflanzen in dieser Grössenordnung wieder entzogen.

Die Abbildungen 3 zeigen eine deutliche Abnahme des Gesamt-P-Gehaltes im Bodenprofil von oben nach unten. Ein solcher Verlauf ist üblich und kann mit dem humusreichen Oberboden und dem dort organisch stark angereicherten Phosphor erklärt werden. Weiter reduziert die starke Bindung von P zum Beispiel in Form von Apatit in der Schluff- und Feinsandfraktion seine Mobilität stark. Auffällig ist jedoch der inverse Verlauf des Gesamt-P-Gehalts im Tiefenprofil eines Grabens, der bei etwa 60 m Länge (Abb. 3a) zu finden ist und quer übers Feld verläuft. Mittels Bodenprofilen konnte bestätigt werden, dass dort eine Umschichtung des Bodens geschehen

sein muss. Offensichtlich hat man ein ehemaliges Bachbett aufgefüllt. Zwischen 60 und 100 cm Tiefe finden sich hier hohe Gesamt-P-Gehalte von bis zu 1,2 g P pro kg, während er bei allen anderen Proben in dieser Tiefe unter 0,8 g P pro kg liegt.

Abgesehen von diesem deutlichen Graben sind die Schwankungen im Gesamt-P-Gehalt auch sonst im Oberboden beträchtlich und fallen in einen Bereich von 0,8 bis 1,4 g P pro kg. Dies bestätigt die Tatsache, dass dieser Bodenparameter allein nicht als ausreichendes Kriterium für die Homogenität einer Parzelle verwendet werden kann. Es sind weitere Bodenparameter beizuziehen.

Erweiterte Homogenitätskriterien

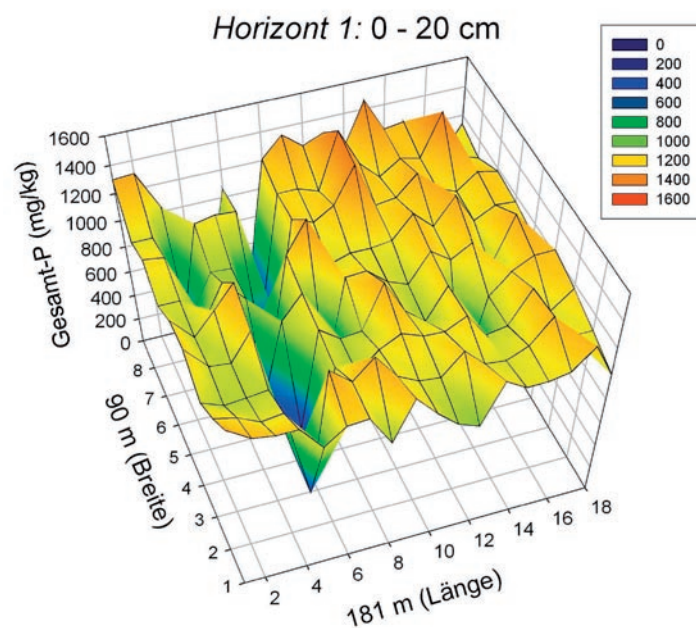
Für die Beurteilung der Homogenität wurden zusätzlich zum Gesamt-P folgende Parameter berücksichtigt:

- Gesamtgehalte von Fe, Ca, K, Si, Mg, Na, im gleichen Messlauf wie P mit XRF bestimmt,
- Carbonat, organischer Kohlenstoff, pH, Gesamt-N,
- AAE10-P; AAE10-K; AAE10-Ca und AAE10-Mg, d.h. P, K, Ca und Mg mit Ammoniumacetat-EDTA im Verhältnis 1:10 extrahiert (AAE10-Methode, Stünzi 2006) und
- Körnung, die Ton-, Schluff-, und Sandgehalt des Bodens definiert.

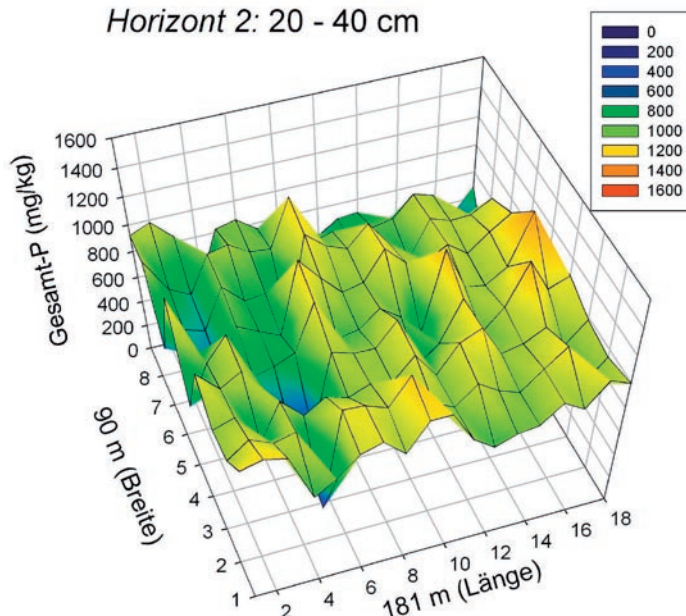
Mit Hilfe einer Hauptkomponentenanalyse (HKA) haben wir Kombinationen dieser Parameter gesucht, die eine Beurteilung der Homogenität erlauben.

Drei Kombinationen von Parametern

In der von uns durchgeführten HKA zeigte sich deutlich, dass es drei verschiedene Kombinationen von Parametern gibt, die je für sich allein als Homogenitätskriterium dienen können:



Horizont 2: 20 - 40 cm



1. die Ton-Mineral-Homogenität,
2. die Kalk/Dolomit-Homogenität und
3. die Kohlenstoff-Nährstoff-Homogenität.

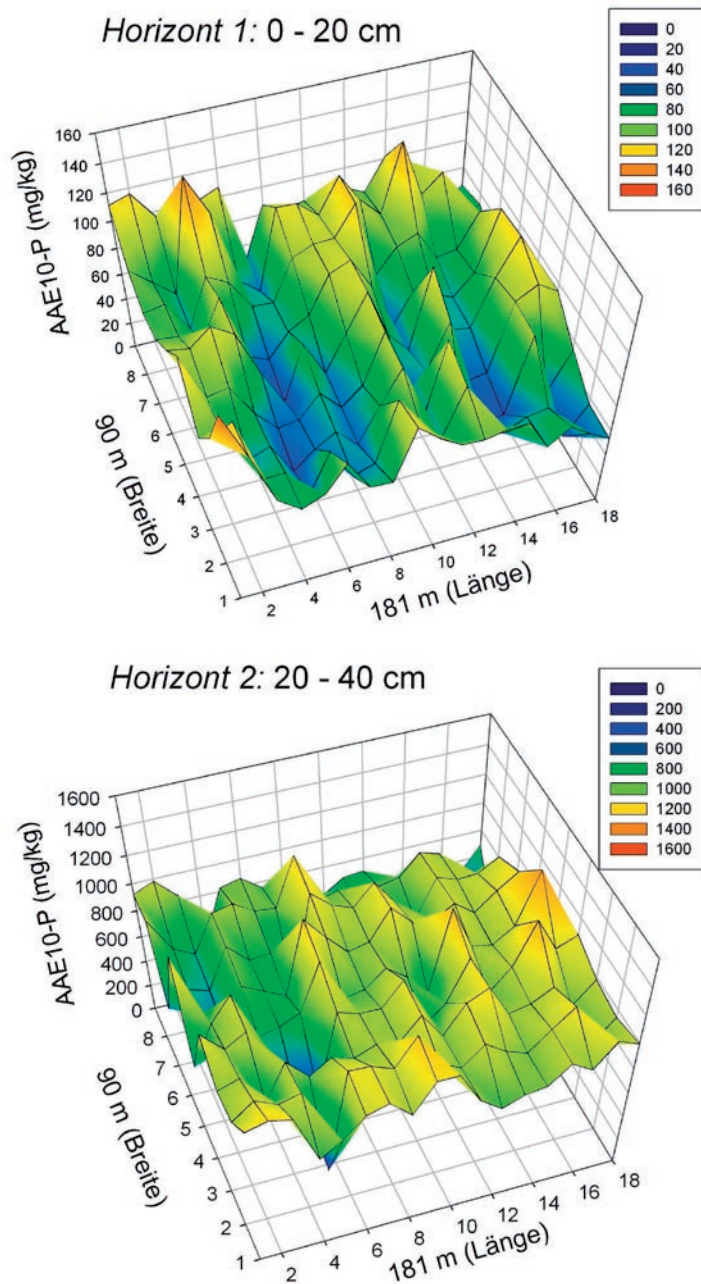
Falls man ausschliesslich RFS-Messungen von Böden zur Verfügung hat, eignet sich die Ton-Mineral-Homogenität am besten als Homogenitätskriterium. Die Gesamtgehalte an Fe, K, P, Al, Mg und Na sind beim untersuchten Feld assoziiert, das heisst, es zeigen sich ähnliche Verläufe und

Schwankungen über das ganze Feld und über die fünf Horizonte. Phosphat geht schwerlösliche Verbindungen mit Fe und Al ein; Ton kann beträchtliche Anteile an K und Na in seinen Schichten aufweisen. Diese Assoziation von Parametern ist somit auch chemisch erklärbar.

Hat man, wie in unserer Untersuchung, neben den RFS-Daten auch noch andere Messdaten zur Verfügung, steht die Kalk/Dolomit-

Abb. 3. Mit Röntgenfluoreszenzspektrometrie bestimmte Gesamt-P-Konzentrationen des untersuchten Schlages 110: Abb. 3a im 1. Horizont (0 bis 20 cm Tiefe) und Abb. 3b im 2. Horizont (20 bis 40 cm). Die Farben stellen die P-Konzentrationen in mg/kg dar.

Abb. 4. AAE10-P im
1. Horizont (0 bis 20
cm, Abb. 4a) und im
2. Horizont (20 bis 40
cm, Abb.4b)



Homogenität als Kriterium zur Verfügung. Es besteht eine deutliche Assoziation von Gesamt-Ca, Gesamt-Mg, Carbonat, pH, AAE10-Ca und AAE10-Mg. Der pH-Wert des Bodens ist abhängig von Kalk- und Dolomit-Anteil – auch in dieser Beziehung ein chemisch sinnvolles Set von Bodenparametern.

Für die landwirtschaftliche Forschung von grosser Wichtigkeit ist sicherlich die dritte Parameterkombination, welches die Koh-

lenstoff-Nährstoff-Homogenität beschreibt. Für diese Parameter braucht es keine RFS-Messungen. Es müssen organischer Kohlenstoff, Gesamt-N, AAE10-P und AAE10-K bestimmt werden. Stickstoff ist im Boden hauptsächlich an organisches Material gebunden. Dass AAE10-P und AAE10-K positiv korrelieren, ist das Resultat einer Normdüngung und hat keinen Zusammenhang mit dem Boden.

Die Faktoren Ton-Mineral-Ho-

mogenität und Kalk/Dolomit-Homogenität haben in der HKA mit 28,5 Prozent und 27,9 Prozent etwa dasselbe Gewicht bei der Erklärung der Einflüsse, während Faktor Nährstoff-Homogenität mit 19,6 Prozent etwas geringere Aussagekraft aufweist. Somit können 76 Prozent der Gesamtvarianz erklärt werden. Interessant ist, dass die erst- und die letztgenannten Faktoren auf unterschiedlichen, von einander unabhängigen Parametern beruhen, die mit völlig verschiedenen Methoden gemessen wurde. Die Homogenitätsbeurteilungen durch diese beiden Faktoren können also gegenseitig überprüft werden. Neben der zusätzlichen Information über Gesamtgehalte liefert die RFS also auch Grundlagen für eine wesentlich robustere Homogenitätsbeurteilung eines Feldes.

Gesamt-P und extrahierbares P

Der Gehalt an Gesamt-P korreliert in der HKA höchstens schwach mit dem AAE10-extrahierbaren Phosphat. Dies wurde für die beiden oberen Horizonte des Schlags 110 im Detail untersucht (Abb. 4a und b im Vergleich zu Abb. 3a und b). Dabei ist kein homogener Datensatz erkennbar. Vielmehr können zwei Trends bei hohem und tiefem Gesamt-P-Gehalt ausgemacht werden. Falls der Gesamtgehalt an P unter 0,4 g pro kg war, konnte davon mit der AAE10-Methode etwa ein Fünftel extrahiert werden, während es bei Bodenproben mit Gesamtgehalt an P über 0,4 g pro kg nur circa ein Fünfzehntel war. Das mitextrahierte Ca des Bodens, das in unterschiedlichen Konzentrationen vorliegt, limitiert die AAE10-extrahierbare Phosphatmenge entscheidend (Stünzi 2006) und schränkt die Interpretationsmöglichkeiten ein. Weiter wird stark gebundenes Phosphat, wie in schwer löslichen Eisen- oder Aluminiumphosphaten, nicht ex-

trahiert. Die in der Referenzmethode eingesetzte Photometrie erfasst auch organisch gebundenen Phosphor nicht.

Da durch Verwitterungsprozesse im B-Horizont langfristig auch mit AAE10-P nicht erfasseter Phosphor labil werden kann und da ausserdem einige Pflanzenarten über verschiedene Mechanismen verfügen, schwer löslichen beziehungsweise organisch gebundenen P zu mobilisieren, ist der Gesamt-P-Gehalt neben dem extrahierbaren Phosphat-Gehalt ein wichtiger Bodenparameter, speziell im Hinblick auf Langzeitversuche. Deren Anfangssituation wird damit wesentlich umfassender charakterisiert. Wie in dieser Studie mittels einer HKA von insgesamt 19 Parametern für den Schlag 110 gezeigt werden konnte, ermöglicht der Gesamt-P-Gehalt in Kombination mit den Gesamtgehalten an Fe, K, Al, Si, Mg und Na als Homogenitätskriterium die Auswahl von Par-

zellen für Langzeitversuche. Da dafür nur RFS-Analysen durchgeführt werden müssen, ist der Arbeitsaufwand im Vergleich zu den Analysen der Nährstoff-Kohlenstoff-Homogenität gering. Der Vergleich dieser beiden voneinander unabhängigen Homogenitätskriterien, die auf unterschiedlichen Methoden beruhen, erlaubt eine wesentlich robustere Beurteilung des Bodens.

Literatur

- Enzweiler J. & Vendemiato M.A., 2004. Analysis of sediments and soils by X-ray fluorescence spectrometry using matrix corrections based on fundamental parameters. *Geostandards and Geoanalytical Research* **28** (1), 103-112.
- Longerich H.P. 1995. Analysis of pressed pellets of geological samples using wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry. *X-Ray Spectrometry* **24**, 123-136.
- Referenzmethoden, Ed. 1996-2008. Schweizerische Referenzmethoden

der Forschungsanstalten Agroscope 1996-2008.

- Revenko A.G., 2002. X-ray fluorescence analysis of rocks, soils and sediments. *X-Ray Spectrometry* **31**, 264-273.
- Stünzi H., 2006. Die P-Bodenextraktionsmethoden mit Wasser und CO₂-Wasser. *Agrarforschung* **13** (7), 284-289.
- Stünzi H., 2006a. Zur Phosphor-Bodenextraktion mit Ammoniumacetat-EDTA (AAE10). *Agrarforschung* **13** (11-12), 488-493.
- UniQuant, 2004. A unique concept in XRF analysis. *ODS The Netherlands*.
- WEPAL, 2002-2008. International soil-analytical exchange. *Wageningen evaluating programs for analytical laboratories*: Wageningen University Environmental Sciences.
- Zambello, F.R. & Enzweiler J., 2002. Multi-element analysis of soils and sediments by wavelength-dispersive X-ray fluorescence. *Journal of Soils and Sediments* **2**, 29-36.

RÉSUMÉ

Analyse de sol par spectrométrie à fluorescence X

Un but de cette étude était la caractérisation d'échantillons de sol d'un champ d'Agroscope Reckenholz par spectrométrie à fluorescence X (XRF) et d'autres méthodes analytiques. Un autre but était de développer des critères d'homogénéité qui permettent de localiser dans une parcelle des morceaux de sol homogènes pour des essais agronomiques à longue durée.

Dans une première partie, une méthode pour déterminer les teneurs totales en Fe, Ca, K, P, Si et Al dans le sol par XRF a été développée et appliquée pour l'analyse des échantillons de sol. Dans ces mêmes échantillons, les teneurs en nutriments ainsi que d'autres paramètres avaient déjà été déterminés auparavant avec des méthodes de référence.

Dans la seconde partie, trois groupes de paramètres qui représentent des critères d'homogénéité du sol ont été définis comme instrument de travail. Ces trois groupes de paramètres sont constitués de la façon suivante : 1. groupe d'homogénéité argile-minéraux, constitué des teneurs totales en Fe, K, P, Al, Mg et Na, tous déterminés par XRF ; 2. groupe d'homogénéité calcaire-dolomite, constitué des teneurs totales en Ca et Mg, TIC, pH, ainsi que AAE10-Ca et AAE10-Mg, extraits par l'acétate d'ammonium+EDTA ; 3. groupe d'homogénéité carbone-nutriments avec TOC, teneur totale en N, AAE10-P et AAE10-K. Ces critères d'homogénéité indépendants les uns des autres, obtenus par différentes méthodes, permettent d'évaluer de façon exhaustive et fiable l'homogénéité d'une parcelle.

SUMMARY

Soil analysis with X-ray fluorescence spectrometry

The aim of this study was to characterize a field of Agroscope Reckenholz research station regarding its soil constituents with X-ray fluorescence spectrometry (XRF) and other analytical methods. In addition, criteria for homogeneity were to be determined in order to assign homogeneous lots for long-term agricultural experiments.

In the first part, a method was developed and used to determine the total contents of Fe, Ca, K, P, Si and Al in the soil. In these samples nutrients and other parameters (AAE10-P, -K, -Ca, -Mg extracted with ammonium acetate-EDTA, N-total, pH, carbonate and TOC) were determined as well. In the second part, three groups of parameters for soil homogeneity were determined as a working instrument: The clay-mineral-homogeneity consisting of total Fe, K, P, Al, Mg and Na - all parameters can be determined by XRF alone; the lime/dolomite-homogeneity comprising total-Ca, total-Mg, TIC, pH, AAE10-Ca and AAE10-Mg, as well as the carbon-nutrient-homogeneity with TOC, N-total, AAE10-P and AAE10-K. These criteria obtained by independent methods allow a broad and stable evaluation of the homogeneity of the field.

Keywords: X-ray fluorescence spectrometry (XRF), total soil phosphorous, UniQuant@5, field characterization, soil homogeneity