



# Metoder för förvaring och homogenisering av jordprover vid bestämning av mineralkväve

*Methods of preservation and homogenisation of soil  
samples for determination of soil mineral nitrogen*

Börje Lindén



Sveriges lantbruksuniversitet  
**Institutionen för mark och miljö**

Swedish University of Agricultural Sciences  
**Department of Soil and Environment**

Rapport 11.  
Uppsala 2013  
ISBN  
978-91-576-9124-8

## Innehåll

Förord.....	3
Sammanfattning .....	4
Förvaring av fältfuktiga jordprover: djupfrysning eller lagring vid plusgrader i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord .....	4
Hantering av prover från organogena jordar: djupfrysning eller lagring vid plusgrader i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord .....	5
Inverkan av frysmalning av frysta jordprover jämfört med upptining .....	5
Rekommendationer .....	6
Summary .....	7
Preservation of field-moist soil sample: storage at degrees above zero or deep-freezing in comparison with immediate extraction of fresh soil.....	8
Preservation of samples from organic soils: storage at degrees above zero or deep-freezing in comparison with immediate extraction of fresh soil.....	8
Effect of grinding frozen soil samples as compared with thawing before homogenisation ..	9
Recommendations.....	9
Inledning .....	10
Material och metoder .....	12
Experiment 1: Metoder för förvaring av fältfuktiga jordprover från provtagning till analys .....	12
Experiment 2: Bestämning av mineralkväve i mulljordar .....	13
Experiment 3: Mineralkväve i markprofilen (0-90 cm) i en mulljord vid Finnsholmen, Västmanlands län – inverkan av kylförvaring av prover jämfört med djupfrysning .....	14
Experiment 4: Studier av frysmalning av frysta prover i jämförelse med upptining.....	14
Kriterium för bedömning av skillnader i mineralkvävemängder framkallade av olika metoder för förvaring och beredning av jordprover .....	15
Resultat och diskussion.....	16
Experiment 1: Metoder för förvaring av fältfuktiga jordprover från provtagning till analys .....	16
Ammoniumkväve.....	16
Nitratkväve.....	17
Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve).....	19
Konsekvenser av olika sätt att förvara jordprover, som hålls i bibehållet fältfuktigt tillstånd.....	19
Experiment 2: Bestämning av mineralkväve i mulljordar .....	19
Ammoniumkväve.....	20
Nitratkväve.....	22
Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve).....	23

Konsekvenser av olika sätt att förvara mulljordsprover .....	23
Experiment 3: Mineralkväve i marken (0-90 cm) i en organogen jord vid Finnsholmen, Västmanlands län – inverkan av kylförvaring av prover jämfört med djupfrysning .....	24
Kylförvaring.....	26
Frysförvaring.....	27
Konsekvenser av olika sätt att förvara prover av organogen jord .....	27
Experiment 4: Studier av frysmalning av frysta prover i jämförelse med upptining.....	27
Ammoniumkväve.....	27
Nitratkväve.....	29
Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve).....	29
Konsekvenser av frysmalning i jämförelse med upptining av fryst jord .....	30
Jämförelse med internationell standard och metoder använda i några andra länder för förvaring och homogenisering av jordprover i samband med bestämning av mineralkväve .....	30
Slutsatser .....	33
Referenser .....	35
Personliga meddelanden .....	37
Bilaga 1 .....	38

## Förord

Alltsedan 1970-talet har bestämning av mineralkväve (ammonium- och nitratkväve) i mark-profiler ingått som en viktig del i ett mycket stort antal undersökningar av åkerjordar i Sverige i syfte att belysa grödornas kvävetillgång och kväveutnyttjande, kväveprocesser i jorden, risker för kväveutlakning, metoder för förbättrad kvävehushållning m.m. Mineralkvävebestämningar avser främst beskrivningar av momentana kvävetillstånd i marken, t.ex. inom rot-zonen. Detta fordrar att proverna analyseras i fältfuktigt tillstånd, dvs. med ursprunglig vattenhalt, och att förändringar av mängderna mineralkväve inte uppkommer i hanteringskedjan från provtagning till analys. Detta kräver i sin tur säkra metoder för förvaring och homogenisering av proverna.

Vid den tidigare Avdelningen för växtnäringslära, Institutionen för markvetenskap, SLU genomfördes under 1970- och 1980-talen grundläggande metodundersökningar i dessa avseenden, innefattande bl.a. inverkan av djupfrysning av jordprover på mineralkvävehalten i dem. En frågeställning som uppkom var om frysta jordprover kunde tinas upp inför homogeniseringen utan nämnvärda förändringar i kvävetillståndet. Sådana prover kan dock ofta vara våta och kladdiga i ofruset tillstånd, vilket försvårar blandning och uttagning av representativa delprover för invägning och analys. Problemet syntes kunna lösas, när Hans Ivar Svensson vid dåvarande Kemiska stationen i Kristianstad i början av 1980-talet istället lanserade en jordkvarn för malning av frysta jordprover. Genom denna s.k. frysmalningskvarn kunde stora jordprover lätt krossas till små fragment samtidigt som de homogeniserades. Invägning av jord för extraktion kunde härigenom ske i fruset tillstånd, vilket starkt underlättade arbetet. Den ursprungliga kvarnen var emellertid behäftad med vissa fel, varför den senare modifierades av Allan Lundkvist vid Avdelningen för växtnäringslära. Det är en sådan förbättrad version av frysmalningskvarnen som numera används vid Institutionen för mark och miljö, SLU (se omslagsbilden).

I föreliggande rapport redovisas fyra studier av olika metoder för förvaring och homogenisering av jordprover avsedda för bestämning av mineralkväve. I en av dessa undersökningar användes den modifierade frysmalningskvarnen. Resultaten ligger till grund för den metodik som alltsedan slutet av 1980-talet har tillämpats vid den nämnda institutionen och dess efterföljare. Laboratoriearbetet i de redovisade undersökningarna utfördes av Allan Lundkvist, Rose-Marie Ericsson och Tore Lindström, vilka härmed tackas av författaren. Vidare tackas Lena Engström, Precisionsodling och pedometri, Institutionen för mark och miljö vid SLU i Skara för statistisk analys av undersökningsmaterialet.

Skara i februari 2013

Författaren

## Sammanfattning

I forskning och försök med bestämning av mineralkväve (ammonium- och nitratkväve) i markprofiler är det viktigt att förvara de uttagna proverna så att deras kväveinnehåll vid analys påverkas så lite som möjligt. Detta gäller under all hantering efter provtagning: transport, lagring, provberedning och extraktion. Omedelbar analys samma dag som proverna tagits ut vore naturligtvis det bästa. I praktiken är detta dock sällan möjligt. Normalt måste proverna lagras en tid. Torkning av proverna före förvaringen kan emellertid ge stora fel till följd av kvävemineralisering och nitratbildning. Då återstår i praktiken bara djupfrysning av proverna så snart som möjligt efter provtagning. Det kan dock vid provtagning i fältförsök i andra landsdelar vara svårt eller omöjligt att djupfrysa proverna under pågående fältarbete och resa. I samband med sådana provtagningar uppkommer frågan, hur jordproverna bör förvaras under transporten, fram till dess att de kan djupfrysas i väntan på senare analys. När djupfrysta jordprover skall analyseras för bestämning av ammonium- och nitratkväve, måste homogeniseringen av hela jordmängden (1-2 kg eller mer) ske i ursprungligt, fältfuktigt tillstånd. En möjlighet är då upptining av de frysta proverna i kylrum, vid rumstemperatur eller t.o.m. i mikrovågsugn, så att jorden sedan kan blandas. Risk finns dock att upptiningen leder till större förändringar av innehållet av ammonium- och nitratkväve genom mineralisering av organiskt kväve och nitrifikation. Härtill har jordproverna ofta hög vattenhalt och är kladdiga i ofruset tillstånd. Detta kan göra det svårt att homogenisera dem tillfredställande före uttagning av delprover för extraktion.

Om man i bibehållet fruset tillstånd istället krossar stora, frysta jordprover till små fragment, kan provberedning och invägning utföras utan att jorden kladdar. År 1983 lanserade dåvarande Kemiska stationen i Kristianstad en kvarn för söndermalning av djupfrysta jordprover, så att små fortsatt frusna jordfragment erhöles för invägning. Arbetet kunde därmed ske snabbare och säkrare. En förbättrad version av denna "frysmalningskvarn" utvecklades några år senare vid dåvarande Avdelningen för växtnäringslära, Institutionen för markvetenskap, SLU, där denna kvarntyp sedan dess rutinmässigt använts vid mineralkvävebestämning i jord.

I syfte att utveckla säkra förfaranden för hantering av jordprover i samband med bestämning av ammonium- och nitratkväve genomfördes vid Avdelningen för växtnäringslära 1988-1992 fyra olika metodundersökningar med fältfuktiga jordprover, som lagrats och/eller homogeniserats på olika sätt. Jordarna extraherades med 2 M KCl i jord-vätskeförhållandet 1:2,5 genom skakning över en natt. Analysvärdena uttrycktes främst i kg N/ha, vanligen beräknat för ett 30 cm djupt matjordslager. För utvärdering av olikheter i mängderna mineralkväve mellan behandlingarna har den bedömningen gjorts, att skillnader mindre än omkring 4 kg N/ha inom ett sådant jordskikt kan anses godtagbara. Detta avser här skillnader mellan erhållna medelvärden. Skillnader mindre än 4 kg N/ha anses här godtagbara även om de visat sig vara statistiskt signifikanta. Mångåriga erfarenheter tyder på att så små avvikelser annars brukar vara slumpartade, och de är dessutom obetydliga jämfört med t.ex. grödornas kväveupptag.

### **Förvaring av fältfuktiga jordprover: djupfrysning eller lagring vid plusgrader i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord**

I fem jordar från Uppland gjordes följande jämförelser: omedelbar extraktion av färsk jord (dag 0), djupfrysning av jordprover (-20°C) i 10 dygn samt förvaring vid +4°C, +8°C och +20°C i 3, 6 och 10 dygn vid varje temperatur. Djupfrysning visade sig öka ammoniumkvävet något men utan att störa bedömningen av resultaten vid praktisk tillämpning. Nitratkvävet blev i stort sett oförändrat. Djupfrysning kan därför anses vara en säker förvaringsmetod. Förvaring vid plusgrader inverkar inte påtagligt på ammoniumkvävet, troligen till följd av

nitrifikation av ammoniumkväve som bildats genom mineralisering under lagringen. Vid förvaring i +4°C och +8°C fram till dag 6 började en svagare ökning av nitratkvävet att märkas. Fram till dag 10 blev dock nitratillskottet så stort, att osäkerhet i tolkningen av resultaten skulle ha kunnat uppstå. Detta gällde i ännu högre grad efter förvaring vid +20°C i 6-10 dygn. Resultaten visar att förvaring vid kylskåpstemperaturer (ofta definierad som +4°C...+8°C) i några dygn och vid +20°C upp till ett par dygn är möjlig vid bestämning av mineralkväve, om proverna inte omedelbart kan djupfrysas.

### **Hantering av prover från organogena jordar: djupfrysning eller lagring vid plusgrader i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord**

I en undersökning med bestämning av mineralkväve i 19 mulljordsprover från Närke och Uppland jämfördes A) omedelbar extraktion av färsk jord, varefter extrakten förvarades vid +4°C i sju dygn, och B) djupfrysning i sju dygn följt av extraktion av de frusna jordproverna. Därefter analyserades extrakten från båda behandlingarna genast. Ammoniumhalterna i de kylagrade extrakten från de färska mulljordsproverna blev i medeltal 21,5% högre än i extrakten från de frysta proverna. Om ammoniumkväveinnehållet i ett 30 cm tjockt matjordlager uppgår till 10-40 kg N/ha, vilket var fallet i jordarna från Närke, kan detta påverka den praktiska tolkningen av analysresultaten vid mängder i den övre hälften av detta intervall enligt ovan nämnda kriterier. Nitratkvävehalterna blev i medeltal 4,9 % högre i extrakten från den färska jorden. Det är möjligt att förvaringen av extrakten medverkade till de högre analysvärdena efter extraktionen av färsk mulljord. Extraktion av färsk och av djupfrost organogen jord synes egentligen vara i stort sett likvärdiga alternativ, men extrakten (i 2 M KCl) bör för säkerhets skull analyseras direkt utan förvaring.

I en annan undersökning togs jordprover ut på 0-30, 30-60 och 60-90 cm djup i en organogen jord i Västmanlands län, där följande provbehandlingar studerades: omedelbar extraktion av färsk jord (dag 0), kylförvaring vid +6°C i 2, 4, 7 och 11 dygn samt frysförvaring vid omkring -20°C i 11 dygn. De frysta proverna extraherades med början i fryst tillstånd. Frågan var hur stora de summerade analysfelen kan bli vid mineralkvävebestämning i hela markprofilen 0-90 cm efter olika sätt att förvara prover från jordar med mycket stora mineralkvävemängder. Efter omedelbar extraktion av färska jordprover fastställdes 269 kg mineralkväve per ha inom 0-90 cm djup. Efter djupfrysning erhöles 264 kg N/ha. Vid kylförvaring av jordarna uppkom under de 11 dygnen inga påtagligare skillnader i mängderna ammoniumkväve jämfört med omedelbar extraktion av färsk jord. Nitratkvävemängderna i markprofilen tilltog bara sakta under de första fyra dagarna, men fram till dag 7 och 11 uppkom statistiskt signifikanta ökning, som skulle kunna störa tolkningen av värdena. Även denna studie visar att omedelbar analys av färsk jord och frysförvaring (utan efterföljande upptining) kan ses som likvärdiga alternativ, och kylförvaring av jordprover i några få dagar tycks också vara möjlig.

### **Inverkan av frysmalning av frysta jordprover jämfört med upptining**

Med jordprover från sex platser i Uppland studerades följande behandlingar: A) omedelbar extraktion av färsk jord (dag 0), B) djupfrysning av jord (dag 0) och upptining på en laboriebänk (rumstemperatur) över natten mellan dag 6 och 7 samt homogenisering och extraktion på morgonen dag 7 och C) djupfrysning av jord (dag 0) samt frysmalning och extraktion dag 7 (med början i fruset tillstånd). Frysmalningen gjordes med den beskrivna, modifierade kvarnen. Upptining visade sig medföra så pass stora tillskott av både ammonium- och nitratkväve, att denna metod bör undvikas. Ökningarna efter extraktion av frysmalda prover blev tydligt mindre och höll sig för summa ammonium- och nitratkväve tydligt inom den angivna gränsen på 4 kg N/ha för godtagbara skillnader inom ett 30 cm djupt jordskikt.

## Rekommendationer

För säker hantering av jordprover efter provtagning samt under transport, förvaring, homogenisering och extraktion för mineralkvävebestämning föreslås följande arbetssätt på basis av de redovisade studierna, refererade undersökningar och mångåriga erfarenheter vid Avdelningen för växtnärlära och dess efterföljare:

- Fortast möjligt efter provtagning tas jordproverna om hand och förvaras på ett sådant sätt, att de inte värms upp. Helst bör de hållas svalt i en låda med fryselement under de årstider då det är mer än 4-8°C utomhus. Solstrålning kan dock värma upp proverna även vid svalare väder, t.ex. om de ställs in i en bil.
- Jordproverna djupfrysas helst samma dag som de tagits ut, särskilt om de inte kan analyseras inom ett par dagar. Saknas möjlighet att djupfrysa proverna, vilket kan inträffa vid provtagning i en annan landsdel, är det möjligt att transportera dem i färskt tillstånd under loppet av ett eller två dygn till laboratoriet eller den plats där de kan djupfrysas. Trots att undersökningsresultaten tyder på att åtminstone någon dags förvaring av färsk jord vid temperaturer upp till +20°C är möjlig, bör temperaturen för säkerhets skull hållas lägre.
- Efter djupfrysning kan jordproverna förvaras under lång tid, men de får inte tinas upp av misstag. Under de efterföljande arbetsmomenten homogenisering, invägning och extraktion hålls jorden likaså frusen tills extraktionsvätskan (2 M KCl) har tillsatts.
- I samband med provberedningen tas proverna inte ut från frysförvaringen förrän i det ögonblick då de skall frysmalas. Efter frysmalningen blandas jorden för säkerhets skull ytterligare för hand. Sedan vägs jorden genast in i fruset tillstånd, varefter extraktionsvätskan omedelbart tillsätts.
- Extraktion sker sedan i roterande skak under 1-2 timmar. Extraktion över natten underlättar visserligen fullständig dispergering av lerjordsprover, men detta kan medföra förhöjda ammoniumkvävevärden. Extrakt i 2 M KCl anses hållbara, åtminstone vid förvaring i kyla. Extrakt av organogena jordar bör dock analyseras direkt utan förvaring.
- Som ett alternativ till djupfrysning kan färska jordprover förvaras vid kylskåpstemperatur (+4...-8°C) upp till tre-fyra dagar före analys. Ett problem vid förvaring av fältfuktiga jordprover vid plusgrader är emellertid, att homogeniseringen ofta blir arbetsam, tidsödande och ibland ofullständig, eftersom detta arbete är svårt att effektivisera. Detta gäller särskilt kladdiga lerjordsprover. Djupfrysning och efterföljande frysmalning med kvarn underlättar detta arbete. Kvarnen möjliggör standardisering av homogeniseringen, så att denna blir lika effektiv för alla prover.
- När djupfrysta prover skall homogeniseras och analyseras, finns annars möjligheten att tina och sedan blanda dem. Förutom besvärligt homogeniseringsarbete medför dock sådan upptining risk för påtagligt förhöjda mineralkvävevärden och bör därför undvikas.

## Summary

In research with determination of soil mineral nitrogen (ammonium and nitrate nitrogen), it is important to preserve soil samples under such conditions that their nitrogen contents remain unaltered. After sampling, this is valid for transport, storage, homogenisation, weighing and finally extraction of the soil. Following sampling, immediate analysis would be most reliable, but this is seldom possible in practical research work. Normally, soil samples must be stored for some time. Air-drying of samples as a preservation method, however, may lead to analysis errors due to additions of ammonium and nitrate nitrogen caused by mineralisation and nitrification during the drying procedure. Therefore, the most convenient method of soil sample preservation seems to be deep-freezing (about  $-20^{\circ}\text{C}$ ) as soon as possible after soil sampling for mineral nitrogen determination. However, following sampling in field experiments in regions far from the laboratory, it may be difficult to freeze soil samples during the on-going field work and during the subsequent transport. Under such circumstances it is important to know how to handle the samples during this time (sometimes as much as 2-3 days) until they can be deep-frozen after the arrival in, e.g., the laboratory.

Before determination of ammonium and nitrate nitrogen, the whole of an individual frozen soil sample (1-2 kg or even more) must be homogenised in its original field-moist state. For this, the frozen samples may be thawed in a refrigerator, in room temperature or even in a microwave oven. However, thawing may increase the contents of ammonium and nitrate nitrogen due to mineralisation and nitrification. This would influence the nitrogen content of individual samples differently as thawing of large soil samples requires more time than smaller samples. Moreover, soil samples are frequently wet and smeary, making homogenisation of the soil and subsequent weighing of subsamples before extraction laborious and time-consuming. Under such conditions, the accuracy of the work may often be questioned.

In principle, every small part of a composite soil sample, and every piece of an individual soil core, should be represented in the small amount taken out for extraction. This requirement can be fulfilled if a frozen soil sample (at  $-20^{\circ}\text{C}$  or colder) is dashed to small, still frozen pieces similar to gravel in size. Soil samples consisting of such small, frozen pieces can rapidly be weighed for extraction. This also makes standardisation of the homogenisation procedure possible. In 1983, a laboratory (Kemiska Stationen) in Kristianstad, Sweden introduced a soil mill for grinding frozen soil samples (see the cover and Figures 5-12). In this mill a frozen soil sample is pressed down into a vertical square conduit by means of a wooden piston. The soil is crushed to small pieces when passing a narrow passage between the front wall and a rotating roller, with grating edges, in the lower part of the conduit. The dashed soil sample is collected in a box under the conduit. However, this mill had certain drawbacks causing some thawing and therefore smeary conditions in the interior of the mill due to frictional heat. Moreover, soil residues frequently remained in the mill due to incomplete grinding of the sample. The construction was later modified at the former Division of Soil Fertility, Department of Soil Sciences, Swedish University of Agricultural Sciences. In the new version, equipped with a front steel door, the passage between the roller and the front door is adjusted so that the soil sample can pass faster, without generating frictional heat and smeary conditions. Thereby the sample is ground to pieces remaining frozen, with a diameter of 5-10 mm and smaller, and without unground soil residues. The distance between the front door and the grating wheel is adjustable, thus allowing for grinding soil to particles of a desired size.

In order to develop reliable methods of handling soil samples for determination of ammonium and nitrate nitrogen, four investigations were carried out at the Division of Soil Fertility in 1988-1992 with field-moist soil samples stored and/or homogenised in different ways. The



soils were extracted with 2 M KCl overnight and with a soil/extractant ratio of 1:2.5. The results were generally expressed in kg N/ha for a 0-30 cm topsoil layer. For the evaluation of differences in the amounts of soil mineral nitrogen between the treatments, it has been assumed that differences less than about 4 kg N/ha within such a depth are acceptable. This refers to differences between averages obtained. Differences according to this criterion (<4 kg N/ha) are here considered acceptable also if they are statistically significant. Otherwise, experience shows that such small discrepancies normally are random, and they are insignificant in comparison with, e.g., crop uptake of nitrogen.

#### **Preservation of field-moist soil sample: storage at degrees above zero or deep-freezing in comparison with immediate extraction of fresh soil**

With five soils, the following sample treatments were compared: immediate extraction of fresh soil (day 0), deep-freezing (-20°C) for 10 days and nights, and storage of soil samples at +4 °C, +8 °C and +20 °C for 3, 6 and 10 days and nights at each temperature. The frozen soil samples remained frozen until extraction. After extraction at the times mentioned, extracts were stored deep-frozen until analysis on day 16. Deep-freezing soils led to somewhat increased amounts of ammonium nitrogen, but without jeopardising the evaluation of the results for practical applications according to the criterion stated above. Nitrate nitrogen remained largely unaltered. Thus deep-freezing can be regarded a reliable method of soil preservation. Storage at degrees above zero did not affect ammonium nitrogen distinctly, probably due to nitrification of ammonium formed through mineralisation during storage. After keeping the samples at +4 °C and +8 °C until day 6, a smaller increase in the contents of nitrate nitrogen occurred. Until day 10, however, the additions of nitrate nitrogen were so large that the evaluation of the results in practice would be uncertain. This was still more evident after storage at +20 °C for 6-10 days. The results show that storage of soil samples at +4°C...+8°C for some days and at +20 °C for one or two days is possible prior to mineral nitrogen determination, if the samples cannot be stored deep-frozen.

#### **Preservation of samples from organic soils: storage at degrees above zero or deep-freezing in comparison with immediate extraction of fresh soil**

In this investigation, with determination of mineral nitrogen in 19 cultivated organic soils, the following two sample treatments were compared: A) immediate extraction of fresh soils (day 0), followed by storage of the extracts for 7 days and nights at +4°C, and B) deep-freezing soils for 7 days and nights followed by extraction of the still frozen samples. The extracts from both treatments were then analysed immediately and simultaneously. The concentrations of ammonium nitrogen were found to be, on average, 21.5% higher in the extracts of fresh organic soil samples than in the extracts of the frozen organic soils. Assuming contents of ammonium nitrogen amounting to 10 or 40 kg N/ha in a 30-cm topsoil layer, as found in part of the organic soils, such a difference may affect the interpretation of the results in case of amounts in the upper half of this interval, according to the criterion for acceptable differences stated. The concentrations of nitrate nitrogen were 4.9 % higher in the extracts of fresh soils. The storage of the extracts was probably the reason for the higher values following extraction of fresh soils. After all, extraction of fresh and of deep-frozen organic soils seems to give largely equal results, but the extracts (in 2 M KCl) should be analysed directly.

In another investigation, in which samples were taken from the 0-30, 30-60 and 60-90 cm layers of an organic soil, the following sample treatments were compared: immediate extraction of fresh soil (day 0), cold-storage of soil at +6°C for 2, 4, 7 and 11 days and nights, and deep-freezing (-20°C) for 11 days and nights. The frozen soil samples were extracted in frozen condition. The question was how analysis errors, caused by different methods of preserving samples from soils with large contents of mineral nitrogen, can affect the sum of the

analysed amounts of ammonium and nitrate nitrogen in the whole soil profile (0-90 cm). Following immediate extraction of fresh soil samples, 269 kg of mineral nitrogen per ha was obtained, and after deep-freezing 264 kg N/ha. During cold-storage of the samples, no obvious differences in ammonium nitrogen occurred within 11 days and nights as compared with immediate extraction of fresh soil. The amounts of nitrate nitrogen increased just slowly during the first four days. Until day 7 and 11, however, statistically significant increases occurred, large enough to make the interpretation of results uncertain. Also this study shows that immediate analysis of fresh organic soil and deep-freezing (without subsequent thawing) may be regarded equal alternatives, and cold-storage for a few days also seems to be possible.

### **Effect of grinding frozen soil samples as compared with thawing before homogenisation**

With six soils, the following treatments were studied: A) immediate extraction of fresh soil (day 0), B) deep-freezing (-20°C), followed by thawing the samples at room temperature during the night between day 6 and 7, and C) deep-freezing (-20°C) followed by grinding the samples in frozen state and extraction of the ground, still frozen soils on day 7. Grinding was performed with the modified soil mill described above. Thawing caused such large additions of ammonium and nitrate nitrogen that this method should be avoided. The increases following extraction of ground frozen samples were distinctly smaller and remained clearly within the limit of 4 kg N/ha stated for certain interpretation, as regards the sum of ammonium and nitrate nitrogen within a 30-cm soil layer.

### **Recommendations**

For preservation of soil samples unaltered after sampling and until extraction for mineral nitrogen determination, the following procedures are proposed based on the studies reported, cited publications and laboratory experiences.

- As soon as possible after sampling, soil samples must be handled and stored in such a way that they do not get warm. During sampling work in seasons with more than +4...+8°C, the samples should be kept a cooler box, preferably with ice packs. Sunshine may warm up the samples also in cool weather, e.g. if kept in a car.
- Preferably, the soil samples should be deep-frozen in the same day as they were taken, especially if they cannot be analysed within a couple of days. If it is impracticable to freeze the samples, as may be the case during sampling in remote field trials, the samples may be transported in fresh condition for one or two days and nights to the laboratory. Although the results of the investigations reported indicate that storage at about +20°C for 1-2 days and nights is possible, the temperature should be kept lower as a precaution.
- In deep-frozen state, soil samples may be stored for a long time, but they must not be thawed by mistake. Also during homogenisation, weighing and extraction, the soil should remain frozen until the extractant (2 M KCl) has been added.
- Before soil preparation, the samples should not be taken out of the freezer until the very moment of grinding in frozen state. As a precaution, the soil should be further mixed after grinding for complete homogenisation. Then the soil is weighed in frozen condition, whereupon the extraction solution should be added immediately.
- The extraction bottles are shaken for 1-2 hours. Extraction over night may contribute to complete dispersion of clay soil samples, but this may lead to enhanced concentrations of ammonium nitrogen. Extracts prepared with 2 M KCl are considered to permit safe preservation, at least during cold-storage. However, extracts of organic soils should be analysed immediately, without storage.

- Instead of deep-freezing, soil samples may be stored in fresh condition at +4...+8°C for, at most, three-four days prior to analysis. A problem with storage at degrees above zero, however, is that homogenisation of field-moist soil samples frequently is laborious and time-consuming and sometimes becomes incomplete. This especially applies to clayey samples. Deep-freezing and subsequent grinding in frozen state facilitates this work. Moreover, the mill allows for standardised homogenisation, being equally effective for all samples.
- Thawing frozen soil samples before homogenisation would be another possibility. In addition to the difficult homogenisation work, however, thawing leads to risks of significantly enhanced mineral nitrogen concentrations and should thus be avoided.

## Inledning

Med avseende på jordprovtagningens inverkan på mineralkvävet (ammonium- och nitratkväve) i proverna kan denna på sätt och vis jämföras med den markstörning som sker vid jordbearbetning. Bägge åtgärderna medför sönderdelning och luftning av jorden, vilket i sin tur stimulerar kväve mineraliseringen (Adu & Oades, 1978; Gerber, 1979; Stenberg et al., 1999; Lindén et al., 1999), med ökad bildning av ammoniumkväve som i sin tur nitrifieras. I forskning och försök med bestämning av mineralkväve i jord, liksom i samband med jordprovtagning för kvävegödslingsprognoser med beaktande av jordens förråd av mineralkväve på våren, är det bl.a. därför viktigt att förvara proverna så att deras kväveinnehåll vid analys påverkas så lite som möjligt. Detta gäller under all hantering efter provtagning: transport, lagring, provberedning och extraktion. Omedelbar analys samma dag som proverna tagits ut vore naturligtvis det bästa. I praktiken är det dock sällan möjligt att hinna provbereda och analysera proverna så snart. Normalt måste de lagras en tid. Eftersom torkning av jord före förvaring har visat sig ge mer eller mindre osäkra bestämningar av ammoniumkväve (vanligen ökade halter) och även av nitratkväve (Storrer, 1966; Selmer-Olsen et al., 1971; Nelson & Bremner, 1972; Scharpf, 1977; Lindén, 1981a), återstår i praktiken bara djupfrysning av proverna så snart som möjligt efter provtagning. Detta medger att analyserna kan utföras när det finns tid. I vissa fall kan det dock tänkas att man önskar extrahera proverna inom några dagar eller inom drygt en vecka, t.ex. efter jordprovtagning för kvävegödslingsprognoser på våren. Då uppkommer frågan i hur hög grad innehållet av ammonium- och nitratkväve förändras, om proverna förvaras i färskt tillstånd och utan att frysas. Vidare kan det vid provtagning i fältförsök i andra landsdelar vara svårt eller omöjligt att djupfrysa proverna under pågående fältarbete och resa. I samband med sådana provtagningar uppkommer frågan, hur jordproverna bör förvaras under transporten, fram till dess att de kan djupfrysas inför analys.

Prover för mineralkvävebestämning brukar i Sverige vara sammansatta av i storleksordningen 10-25 borrhstick, vilket motsvarar ungefär 1-2 liter jord (1-2 kg) eller ofta mer. När djupfrysta samlingsprov av detta slag skall analyseras, måste homogeniseringen av hela jordmängden ske i ursprungligt, fältfuktigt tillstånd. En möjlighet är då upptining av de frysta proverna (Nelson & Bremner, 1972; ISO 14256-2:2005), så att jorden däri kan blandas. Risk finns dock att upptiningen leder till förändring av innehållet av ammonium- och nitratkväve (Selmer-Olsen et al., 1971; Nelson & Bremner, 1972; Esala, 1994 och 1995) genom mineralisering av organiskt kväve och genom nitrifikation. Vidare tinar stora, våta prover långsammare och kräver längre upptiningstid än mindre. Härtill har jordproverna ofta hög vattenhalt och är kladdiga i ofruset tillstånd. Detta kan göra det svårt att homogenisera dem tillfredställande före uttagning av delprov för extraktion, särskilt som detta arbete är svårt att mekanisera. In-

vägningsarbetet blir också kladdigt och tidsödande. I sådana situationer kan de invägda delprovernas representativitet ibland ifrågasättas, särskilt om den invägda jordmängden är liten.

Istället för tidskrävande upptining i kylrum eller på en laboratoriebänk har det föreslagits, att man tinar jordproverna i en mikrovågsugn (Østergaard, pers. medd.). Detta förfarande har även tillämpats vid Hushållningssällskapet i Halland (Håkansson, pers. medd.), där man uppger att upptiningstiden i mikrovågsugn är avhängig av jordprovernas vattenhalt och kan ta upp till 6-7 minuter. Upptining på detta sätt och efterföljande invägning sägs fungera bra vad gäller sandjordsprover, som ju är lätta att väga in för extraktion. Med lerjordsprover uppkommer dessvärre ofta problem med kladdighet och att då väga in representativa delprover.

Homogeniseringen av jordprov måste följa principen, att varje liten del i ett enskilt jordprov, och varje bit av ett enskilt borrstick, som ingår i ett samlingsprov, skall bli representerad i den jordmängd som vägs in för extraktion. Om man i bibehållet fruset tillstånd krossar stora frysta jordprover till små fragment, som kan hanteras ungefär som grus, är det lättare att uppfylla detta krav samt att standardisera homogenisering och efterföljande invägning av delprover. Proverberedningen kan utföras snabbare och säkrare. År 1983 lanserade agr. lic. Hans Ivar Svensson vid Kemiska stationen i Kristianstad (senare AgroLab och numera Eurofins) en kvarn för söndermalning av djupfrysta jordprover, så att små jordfragment erhöles för invägning (Svensson, pers. medd.), se bild på pärmens framsida. Denna "frysmalningskvarn" konstruerades och tillverkades av G. Larssons Mekaniska verkstad i Barum, Fjälkinge. I kvarnen trycks det djupfrysta jordprovet ned i en vertikal, fyrkantig trumma med hjälp av en manuell hanterad kolv och krossas till mindre fragment, när jorden passerar en smal spalt mellan framväggen och ett roterande "rivhjul" i trummans nedre del (bilaga 1). Detta rivhjul utgörs av en vals (15 cm Ø) med liggande axel och utvändiga, utstickande "rivplattor" av hårdstål. Den krossade jorden samlas upp i en behållare under rivhjulet. Svensson (1983, pers. medd.) genomförde metodstudier av sådan frysmalning, som visade sig mycket lovande.

Dåvarande Avdelningen för växtnäringlära vid Institutionen för markvetenskap, SLU, anskaffade en frysmalningskvarn av detta slag 1985. Senare har en variant av denna kvarn där använts som standardförfarande i mineralkvävebestämningen. Med denna förbättrades frysmalningstekniken, så att all jord maldes sönder utan kvarvarande rester och så att kladdighet orsakad av friktion i kvarnen undveks. Med den ursprungliga varianten, som hade ett förhållandevis litet avstånd mellan rivhjul och framvägg, uppstod det alldeles ovanför denna smala passage kilformiga rester av det frusna jordprovet, vilka blev kvar inne i kvarnen och sedan måste kastas bort. Malningen fördröjdes och friktionsvärme uppstod samt orsakade viss upptining och kladdighet inne i kvarnen. Denna version av kvarnen införskaffades även av andra laboratorier i Norden och orsakade problem där. I den förbättrade varianten har framväggen ersatts av en reglerbar lucka, med inställbart avstånd till rivhjulet. En större spalt än tidigare visade sig vara det bästa. Resultatet av frysmalningen efter ombyggnaden blev därmed ärt- och hasselnötsstora, aggregatliknande jordfragment (Ø = ca 5-10 mm och mindre, se figur 10 i bilaga 1), utan att någon upptining och kladdighet uppstod. Djupfrysning skapar sprickstrukturer i lerjord. Aggregat, som härigenom bildats, tycks i stort sett inte malas sönder av kvarnen. Den erhållna partikelstorleken skiljer sig således från malning av torkad jord, som brukar ske med såll med 2 mm stora hål som standard. P.g.a. av de förhållandevis stora frysmalda fragmenten vägdes normalt så mycket som 100 g fältfuktig jord in för att så väl som möjligt täcka variationen i mineralkväveinnehållet i det ursprungliga samlingsprovet. Denna mängd används också i Danmark (Østergaard et al., 2011). Extraktion skedde sedan med 2 M KCl (jmf. Bremner & Keeney, 1966) tillsatt i jord-vätskeförhållandet 1:2,5.

I samband med införandet av frysmalningen uppstod ett behov av att se över metodiken för hantering av jordproverna från uttagning i fält till analys och att komplettera tidigare undersökningar (jmf. Lindén, 1981a). I syfte att utveckla säkra förfaranden för rutinmässig förvaring och homogenisering av jordprover i samband med bestämning av mineralkväve i jord genomfördes därför olika metodundersökningar vid dåvarande Avdelningen för växtnärlära 1988-1992. I princip studerades härvid hela arbetskedjan efter jordprovtagning i fält och fram till extraktion av homogeniserade prover. I dessa studier undersöktes:

- Inverkan av förvaring vid olika plusgrader i jämförelse med djupfrysning (ca -20°C)
- Inverkan av djupfrysning, följt av frysmalning och invägning av ännu frysta prover i jämförelse med dels djupfrysning följt av upptining och dels omedelbar extraktion av färsk jord
- Inverkan av sådana förvarings- och homogeniseringsmetoder vid mineralkväveanalys i olika jordar (fastmarks- och mulljordar)

## Material och metoder

### Experiment 1: Metoder för förvaring av fältfuktiga jordprover från provtagning till analys

Tar man ut mineralkväveprover i fältförsök och transporterar dem en längre sträcka för analys vid ett laboratorium i en annan landsdel, utan att man har tillgång till djupfrysning under provtagningsarbetet och under hemfärden, bör man som antytts vara medveten om hur mineralkväveinnehållet kan förändras. Detta gäller från själva provtagningen, som ju kan ske i väder med olika temperaturer, och fram till den tidpunkt då det blir möjligt att djupfrysa eller direkt analysera proverna. Det kan ofta tänkas dröja ett eller ett par dygn eller ännu längre, innan proverna tas om hand på endera av dessa sätt. Motsvarande gäller som nämnts efter provtagning för kvävegödslingsprognoser baserade på mineralkvävebestämning. Frågan är i dessa fall, om det är möjligt att av praktiska skäl förvara jordprover vid plusgrader under några dagar eller kanske rentav ännu längre, innan de homogeniseras och analyseras. Efter ankomsten till laboratoriet kan en kort tids förvaring i kylskåp också bli aktuell. Temperaturer från +4°C till +8°C kan betraktas som ett vanligt intervall vid kylskåpsförvaring.

För att belysa sådana praktiska problem i samband med jordprovtagning, transport och förvaring fram till provberedning, extraktion och analys genomfördes en studie i april 1992 med följande elva behandlingar av jordprover, innan mineralkvävebestämning utfördes:

- A. Omedelbar extraktion av färsk jord (dag 0)
- B. Omedelbar djupfrysning av jord (dag 0) och förvaring vid -20°C i 10 dygn, följt av extraktion dag 10
- C. Förvaring av jord vid +4°C i 3 dygn, följt av extraktion dag 3
- D. Förvaring av jord vid +4°C i 6 dygn, följt av extraktion dag 6
- E. Förvaring av jord vid +4°C i 10 dygn, följt av extraktion dag 10
- F. Förvaring av jord vid +8°C i 3 dygn, följt av extraktion dag 3
- G. Förvaring av jord vid +8°C i 6 dygn, följt av extraktion dag 6
- H. Förvaring av jord vid +8°C i 10 dygn, följt av extraktion dag 10
- I. Förvaring av jord vid +20°C i 3 dygn, följt av extraktion dag 3
- J. Förvaring av jord vid +20°C i 6 dygn, följt av extraktion dag 6
- K. Förvaring av jord vid +20°C i 10 dygn, följt av extraktion dag 10

För undersökningen togs matjordsprover ut på fem fält i Uppland (tabell 1), med ett större samlingsprov per fält. Därefter blandades och homogeniserades varje prov mycket noggrant i

fältfuktigt tillstånd. Efter homogeniseringen vägdes 40 g av var och en av jordarna in i plastburkar, med två parallella prov per jord och behandling enligt försöksplanen, dvs. totalt 110 burkar. All jord hölls vid kylskåpstemperatur under denna arbetsgång fram till dess att provburkarna sattes in i frys- eller klimatskåp för förvaring vid de avsedda temperaturerna under den planerade tiden (3, 6 eller 10 dygn) eller togs ut för omedelbar analys (led A). Plastburkarna förslöts med plastlock, bl.a. för att innehållet inte skulle påverkas av omgivande luft.

Vid avslutad förvaring av dessa olika slag togs två burkar per jord och behandling ut för extraktion med 100 mL 2 M KCl (jord-vätskeförhållande 1:2,5) över en natt och för bestämning av utbytbar ammonium- och nitratkväve. De djupfrysta proverna förblev frysta fram till tillsättningen av extraktionsvätskan. Efter centrifugering togs extrakten tillvara och djupfrystes för senare analys vid ett och samma tillfälle. I led A extraherades jordarna omedelbart efter homogeniseringen (dag 0) på samma vis, och extrakten djupfrystes genast. De frysta extrakten tinades i rumstemperatur dag 16, varefter bestämningen av utbytbar ammonium- och nitratkväve i alla led utfördes med en autoanalyser TRAACS 800 vid ett och samma tillfälle. Avsikten med den samtidiga analysen av alla extrakt var, att eventuella variationer i analysvärdena orsakade av funktionen hos TRAACS 800 skulle undvikas. Mängderna ammonium- och nitratkväve omräknades till kg N/ha för ett 30 cm djupt jordskikt med beaktande av vattenhalten (torkning av delprov vid 105°C över en natt) och under antagande att volymvikten inom 0-20 och 20-30 cm djup var 1,25 respektive 1,50 kg/dm<sup>3</sup>.

### **Experiment 2: Bestämning av mineralkväve i mulljordar**

Erfarenheten har visat att djupfrysning med efterföljande upptining av prover härstammande från mulljordar kan medföra påtagligt förhöjda halter av ammoniumkväve. Detta framgår bl.a. av ett examensarbete av Anderson (1981). Frågan är då om det är djupfrysningen i sig själv och/eller upptiningen av jordproverna som är orsak till detta. Anderson (1981) fastställde en viss ökning av halterna ammoniumkväve genom djupfrysning och ytterligare tillskott därav till följd av efterföljande upptining. För att belysa dessa spörsmål ytterligare samlades 19 jordprover in under senhösten 1988 från fält med organogena jordar i Mellansverige (tabell 2). På fyra provtagningsplatser, belägna i Kvismardalen i Närke, togs härvid jordprover ut skiktvis i marken (0-30, 30-60 och 60-90 cm djup) för att beakta inverkan på både matjords- och alvprover. På övriga sju platser, som valts ut i Uppland, provtogs enbart matjorden (0-30 cm djup). Följande behandlingar av jordproverna studerades:

- A. Omedelbar extraktion av färsk organogen jord följd av kylskåpsförvaring (+4°C) av extrakten i sju dygn
- B. Djupfrysning av organogen jord i sju dygn följd av extraktion av den frusna jorden

Först homogeniserades varje jordprov, varefter två delprover om 40 g per jord och behandling vägdes in i plastburkar, som förslöts med plastlock. De delprover som avsåg färska jordar (led A) extraherades omedelbart med 100 mL 2 M KCl (dvs. jord-vätskeförhållande 1:2,5) över en natt. Dessa extrakt kylldes som nämnts (ca +4°C) i sju dygn. Samtidigt med extraktionen av färsk jord i led A djupfrystes provburkarna i led B vid ca -20°C. De frysförvarades i sju dygn, och jorden däri extraherades därefter i fryst tillstånd på nämnda sätt. Efter extraktionen dag 7 bestämdes innehållet av utbytbar ammonium- och nitratkväve i extrakten från båda behandlingarna med en Technicon Autoanalyser. Vattenhalten i proverna bestämdes i särskilda delprover genom torkning vid 105°C över en natt.

### **Experiment 3: Mineralkväve i markprofilen (0-90 cm) i en mulljord vid Finnsholmen, Västmanlands län – inverkan av kylförvaring av prover jämfört med djupfrysning**

För vetenskapliga studier med mineralkvävebestämning tas i Sverige vanligen jordprover ut i skikten 0-30, 30-60 och 60-90 cm djup. I fastmarksjordar är mängderna mineralkväve i dessa jordlager oftast små eller måttliga under hösten liksom före kvävegödning på våren (se bl.a. Lindén et al., 1992), men i vissa fall kan förråden vara betydande, t.ex. i mulljordar. Frågan är då hur stora analysfelen blir vid bestämning av mineralkväve i hela markprofilen 0-90 cm efter olika sätt att förvara prover från jordar med mycket stora kvävemängder. Ur t.ex. gödslingsynpunkt beskrivs detta bäst vid uträkning av resultaten i kg N/ha. För att belysa dessa spörsmål togs senhösten 1988 jordprover ut i 30-cm-skikt till 90 cm djup i en mulljord (tabell 4) med känt höga mängder ammonium- och nitratkväve inom dessa djup. Platsen var belägen på gården Finnsholmen i Harbo socken, då beläget i Västmanlands län.

Vart och ett jordproverna blandades väl, varefter jord från varje markskikt vägdes in i plastburkar, som förslöts med plastlock. Detta utfördes med två delprover om 40 g per markdjup och behandling enligt följande plan:

- A. Omedelbar extraktion av färsk jord (dag 0)
- B. Omedelbar djupfrysning, frysförvaring vid ca  $-20^{\circ}\text{C}$  i 11 dygn, följt av extraktion dag 11
- C. Kylförvaring vid  $+6^{\circ}\text{C}$  i 2 dygn, extraktion dag 2
- D. Kylförvaring vid  $+6^{\circ}\text{C}$  i 4 dygn, extraktion dag 4
- F. Kylförvaring vid  $+6^{\circ}\text{C}$  i 7 dygn, extraktion dag 7
- G. Kylförvaring vid  $+6^{\circ}\text{C}$  i 11 dygn, extraktion dag 11

När proverna i led B-G togs ut från förvaringen efter avsett antal dygn, tillsattes 100 mL 2 M KCl för extraktion över en natt (jord-vätskeförhållande 1:2,5). De djupfrysta proverna förblev frysta fram till tillsättningen av extraktionsvätskan. Extrakten förvarades i kylskåp (ca  $+4^{\circ}\text{C}$ ) fram till dag 16, då halterna av utbytbar ammonium- och nitratkväve bestämdes med en Technicon Autoanalyser. I den homogeniserade jorden från de tre jordskikten togs vid starten delprover ut för vattenhaltsbestämning genom torkning vid  $105^{\circ}\text{C}$  över en natt. Resultaten uttrycktes dels i mg N/100 g jord (som ts) och dels i kg N/ha för de tre markskikten med beaktande av aktuella vattenhalter och volymvikter. De senare uppgick till  $0,43 \text{ kg/dm}^3$  inom djupet 0-30 cm,  $0,54 \text{ kg/dm}^3$  (30-60 cm) och  $0,59 \text{ kg/dm}^3$  (60-90 cm), se tabell 4. Volymvikterna bestämdes genom provtagning i 10-cm-skikt med uttagning av 4 st. 10 cm höga jordproppar i ostörd lagring per skikt med nedslagningscylindrar av stål (Andersson, 1955).

### **Experiment 4: Studier av frysmalning av frysta prover i jämförelse med upptining**

Förvaras jordprover djupfrysta (ca  $-20^{\circ}\text{C}$ ) uppkommer som diskuterats frågan, hur homogenisering och uttagning av delprover skall utföras för säker analys. Det enklaste är att låta proverna tina upp och sedan blanda jorden. Prover för mineralkväveanalys är dock som nämnts normalt stora (ca 1-2 kg eller mer) genom många borrhstick. Det tar då tid att tina upp dem, t.ex. genom att lägga dem i kylskåp eller kylrum eller vid rumstemperatur på en laboriebänk över natten, varefter de blandas och homogeniseras. Upptining i kylskåp eller kylrum har den nackdelen att det kan ta mer än ett dygn i anspråk. Särskilt vid upptining på en laboriebänk finns risken att halterna ammonium- och nitratkväve ökar i oönskad grad, eftersom det efter djupfrysning och upptining av jorden lätt blir ökad biologisk aktivitet (jmf. Anderson, 1981; Esala, 1994 och 1995).

Som nämnts tycks man kunna undgå upptiningens nackdelar genom att frysmala proverna och sedan väga in delprov i bibehållet fruset tillstånd. En viss påverkan kan dock tänkas ge-





## Resultat och diskussion

### Experiment 1: Metoder för förvaring av fältfuktiga jordprover från provtagning till analys

#### *Ammoniumkväve*

Av tabell 1 och figur 1 framgår att ammoniumkvävemängderna var normalt små i alla använda jordar: för färska prover i medeltal ca 5 kg NH<sub>4</sub>-N/ha inom 30 cm djup (jmf. Lindén, 1981b). Generellt sett uppvisade dock de mullrika jordarna (Sunde och Ekhaga) högre värden än jordarna med måttligt mullhaltig jord (figur 1). Ammoniumkväveinnehållet förändrades inte påtagligt vid förvaring av jordarna vid plusgrader (4, 8 och 20°C) upp till 10 dygn i jämförelse med omedelbar extraktion av färska prover (dag 0). Bara efter förvaring vid +8° i tre dagar fastställdes en statistiskt signifikant förändring i form av en minskning med 1,9 kg NH<sub>4</sub>-N/ha ( $p < 0,001$ ), vilket skulle kunna tyda på att ammoniumkväve immobiliserats och/eller nitrifierats. Även om kvävemineraliseringen och därmed bildningen av ammoniumkväve går fortare vid högre temperaturer (se t.ex. Tyler et al., 1959; Harmsen & Kolenbrander, 1965; Beck, 1979), tyder de ganska oförändrade värdena på att eventuellt nybildat ammoniumkväve snabbt nitrifierats, vilket då istället påverkat nitratkvävehalterna (se nedan). Däremot uppkom i jämförelse med omedelbar extraktion (dag 0) av färska prover en tydlig ökning av ammoniumkvävet efter djupfrysning i 10 dygn ( $p < 0,001$ ), från i medeltal 4,7 kg NH<sub>4</sub>-N/ha vid omedelbar extraktion till 7,2 kg efter djupfrysning. Denna skillnad ligger dock inom gränsen för godtagbara olikheter mellan metoder (<4 kg N/ha) enligt ovan. Resultaten kan jämföras med att Lindén (1981a) i 27 djupfrysta jordprover i genomsnitt fann 3,4 % mer ammoniumkväve än efter omedelbar extraktion av motsvarande färsk jord. Större ammoniumkvävemängder efter djupfrysning kan som nämnts ha att göra med söndersprängning av organiskt material, bl.a. mikroorganismceller, varefter proteiner och även andra substanser kan ha kommit ut i extraktet och vid analys fastställts som ökade ammoniumkvävehalter.

Tabell 1. Inverkan på mineralkväveinnehållet i jord av olika metoder att lagra jordprover i fältfuktigt tillstånd, kg N/ha beräknat för ett 30 cm djupt matjordsskikt. Medeltal för fem jordar från Uppland. ”Medeltalets avvikelse från färska prover” avser medeltal för behandlingen ifråga minus medeltal för färska prover. De enskilda jordarnas värden framgår av figur 1.

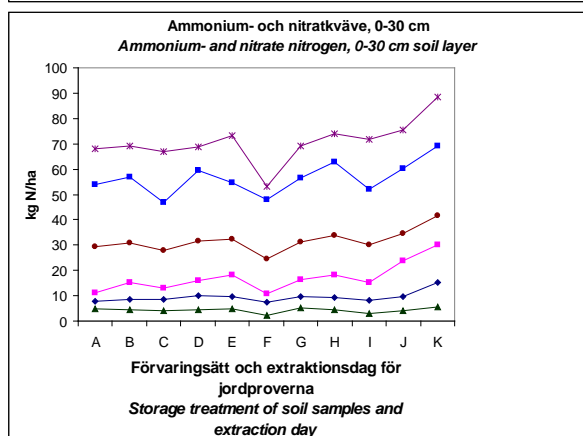
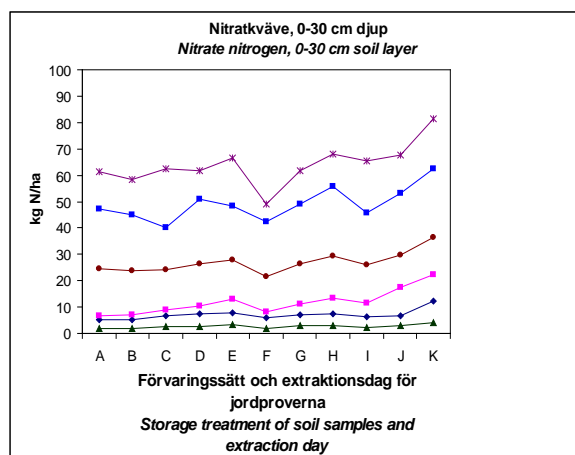
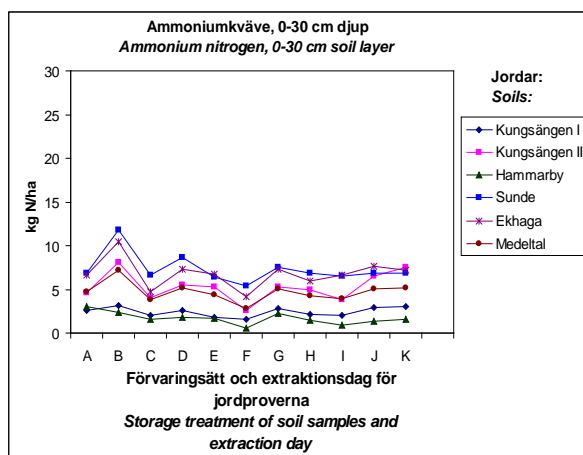
*Table 1. Effects on the contents of soil mineral nitrogen of different treatments for storage of field-moist soil samples, kg N/ha calculated for a 30-cm topsoil layer. Averages of five soils from the province of Uppland. The values of the individual soils are given in Figure 1.*

\*) Medeltalets avvikelse från färska prover = Average of the treatment in question minus the average of fresh soils.

Jordprovernas ursprung samt jordart och mullhalt						
<i>Origin of the soil samples and Swedish notations for soil type and humus content</i>						
Kungsängen I mmh SL	Kungsängen II mmh ML	Hammarby mmh SML	Sunde mr g ML	Ekhaga mr SL		
Provbehandling och -förvaring samt dag för ex- traktion <i>Sample treatment and storage, and day of extraction</i>	Ammonium-N <i>Am- monium-N</i>		Nitrat-N <i>Nitrate-N</i>	Summa ammonium- och nitrat-N <i>Sum</i>		
	Medeltal <i>Average</i>	Medel- talets av- vikelse från färska prover*	Medeltal <i>Average</i>	Medel- talets av- vikelse från färska prover*	Medeltal <i>Average</i>	Medel- talets av- vikelse från färska prover*
A. Färska prover, <i>Fresh samples, dag day 0</i>	4,7		24,5		29,2	
B. Frysta prover, <i>Frozen samples, dag day 10</i>	7,2	2,4	23,6	-0,9	30,8	1,5
<b>Lagring av prover vid:</b> <i>Storage of samples at:</i>						
C. +4°, dag <i>day</i> 3	3,8	-1,0	24,1	-0,4	27,9	-1,4
D. +4°, dag <i>day</i> 6	5,2	0,4	26,6	2,1	31,7	2,5
E. +4°, dag <i>day</i> 10	4,4	-0,4	27,9	3,4	32,2	3,0
F. +8°, dag <i>day</i> 3	2,9	-1,9	21,5	-3,0	24,4	-4,9
G. +8°, dag <i>day</i> 6	5,0	0,3	26,4	1,9	31,4	2,1
H. +8°, dag <i>day</i> 10	4,3	-0,5	29,5	5,0	33,8	4,5
I. +20°, dag <i>day</i> 3	4,0	-0,8	26,2	1,7	30,1	0,9
J. +20°, dag <i>day</i> 6	5,1	0,3	29,6	5,1	34,7	5,5
K. +20°, dag <i>day</i> 10	5,2	0,5	36,5	12,0	41,8	12,5

### **Nitratkväve**

Nitratkvävehalterna varierade starkt jordarna emellan (figur 1). Mest innehöll de mullrika jordarna från Sunde och Ekhaga: i storleksordningen 45 och 60 kg NO<sub>3</sub>-N per ha inom 0-30 cm enligt analys av både färska och djupfrysta prover. Dessa höga värden kan ses mot bakgrund av att proverna hade tagits ut i slutet av april. Fram till dess kan en hel del mineraliserat kväve ha anhopats i dessa jordar (under hösten och efter vintern). De andra jordarna (Kungsängen I, Kungsängen II och Hammarby) innehöll små mängder nitratkväve: 5, 7 respektive 2 kg NO<sub>3</sub>-N per ha i både färska och frysta prover.



Provbehandling och -förvaringsätt samt extraktionsdag:

Sample treatment and storage, and day of extraction:

- A = Färsk prover *Fresh samples*, dag *day* 0
- B = Frysta prover *Frozen samples*, dag *day* 10
- C = Förvaring vid *storage at* +4°, dag *day* 3
- D = - " - +4°, dag *day* 6
- E = - " - +4°, dag *day* 10
- F = - " - +8°, dag *day* 3
- G = - " - +8°, dag *day* 6
- H = - " - +8°, dag *day* 10
- I = - " - +20°, dag *day* 3
- J = - " - +20°, dag *day* 6
- K = - " - +20°, dag *day* 10

Figur 1. Inverkan på mineralkväveinnehållet i jord av olika metoder att lagra jordprover i fältfuktigt tillstånd, kg N/ha beräknat för ett 30 cm djupt matjordsskikt. De provtagna jordarna härstammade från Uppland. Varje angivet värde utgör medeltal för två parallella prover. Märk att delfigurernas skalor varierar.

Figure 1. Effects on the soil mineral nitrogen contents of different treatments for storage of field-moist soil samples, kg N/ha calculated for a 30-cm topsoil layer. The sampled soils originated from the province of Uppland. Each given value refers to the average of two parallel samples. Notice that the scales of the individual figures vary.

Djupfrysning (till dag 10) eller förvaring av proverna vid +4°C till dag 3 påverkade inte nitratkvävehalterna påtagligt i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord ( $p > 0.05$ ), se tabell 1 och figur 1. Resultatet efter frysförvaring kan jämföras med att Lindén (1981a) i genomsnitt för 27 djupfrysta jordar fastställde 7,5 % mer nitratkväve än efter omedelbar extraktion av färsk jord. Märkligt nog minskade mängderna nitratkväve med 3 kg N/ha vid förvaring vid +8°C i tre dagar, vilket som nämnts också skedde med ammoniumkvävet i alla jordar (tabell 1 och figur 1). En antydning till sådan minskning finns även vid lagring vid +20°C i tre dagar. Även om dessa skillnader i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord inte var statistiskt signifikanta, kan en viss nettoimmobilisering av kväve tänkas ha uppkommit till följd av nedbrytning av t.ex. rötter och andra växtrester i jordproverna.

Vid förvaring i +4°C och +8°C fram till dag 6 började en svagare ökning av nitratkvävet att märkas ( $p = 0,011$  resp.  $0,009$ ). Dag 10 fastställdes vid dessa båda temperaturer ett tillskott på i genomsnitt 3 resp. 5 kg NO<sub>3</sub>-N per ha beräknat för 0-30 cm djup ( $p < 0,001$  resp.  $< 0,001$ ). Snabbast steg mängderna nitratkväve naturligt nog vid förvaring i +20°C, med ökning mot svarande i medeltal 5 och 12 kg NO<sub>3</sub>-N per ha fram till dag 6 och dag 10 ( $p < 0,001$  resp.

<0,001). I de mullrika jordarna och den måttligt mullhaltiga från Kungsängen II uppkom vid +20°C ökning med 15-20 kg/ha fram till dag 10. Kriteriet för godtagbar skillnad (<4 kg N/ha) i nitratkvävmängd klarades inte vid lagring vid +20°C i 6-10 dygn, och vid +8°C torde förvaring bara vara möjlig i några få dagar.

### ***Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve)***

Eftersom ammoniumkvävet inte förändrades nämnvärt vid förvaring i plusgrader (+4, +8 och +20°C), avspeglar summan av ammonium- och nitratkväve (dvs. mineralkväve) i stort sett nitratkvävet förändringar. Påtagligare ökning av mineralkvävesumman jämfört med extraktion av färska prover uppkom vid förvaring i +4°C och +8°C bara efter 10 dagar ( $p = 0,058$  resp.  $0,006$ ), se tabell 1 och figur 1. Vid +20°C erhöles efter 6 och 10 dagar i medeltal tillskott på 5,5 resp. 12,5 kg  $\text{NH}_4\text{-N} + \text{NO}_3\text{-N}$  per ha inom 30 cm djup ( $p < 0,001$  resp.  $< 0,001$ ). Så stora förändringar kan inte anses godtagbara för säker utvärdering enligt det nämnda kriteriet (<4 kg N/ha). Resultaten kan jämföras med att Scharpf (1977) fastställde oförändrade mineralkvävemängder vid förvaring vid ca +2°C i tre dagar, men inom två veckor uppstod ökning av nitratkvävet motsvarande upp till ca 10 kg N/ha (0-60 cm djup).

Av tabell 1 framgår, att mineralkvävemängderna efter djupfrysning översteg värdena vid omedelbar analys av färska prover med i medeltal bara 1,5 kg N/ha, och ökningen var inte statistiskt signifikant. Detta är gott och väl inom gränsen för godtagbar skillnad (<4 kg N/ha). För enskilda jordar uppgick de största och minsta förändringarna till +4,0 kg respektive +0,7 och -0,7 kg N/ha. Som jämförelse kan nämnas att Esala (1994 och 1995), i relation till extraktion av färsk jord, inte fann någon statistiskt signifikant ökning av mängderna ammonium- och nitratkväve i frysta jordprover, som extraherades med början i fruset tillstånd.

### ***Konsekvenser av olika sätt att förvara jordprover, som hålls i bibehållet fältfuktigt tillstånd***

I jämförelse med omedelbar analys av färsk jord medförde djupfrysning eller förvaring av jordprover vid +4 och +8°C i 3-6 dagar samt vid +20°C i 3 dagar i allmänhet bara små eller ganska små förändringar (1,5-5 kg N/ha, såväl ökning som minskningar) av de sammanlagda mängderna ammonium- och nitratkväve. Sätts innehållet av mineralkväve i åkerjord i relation till de kvävmängder som vanliga jordbruksgrödor brukar ta upp under växtsäsongen (mestadels i storleksordningen 100-250 kg N/ha) eller till normalt tillförda gödselkvävmängder, är avvikelserna av ringa betydelse. Förvaring vid +8°C i fler än tre dygn torde dock vara vansklig.

### **Experiment 2: Bestämning av mineralkväve i mulljordar**

Prover från 0-30 cm djup i organogena jordar på totalt 11 åkerfält i Närke och Uppland användes i denna delundersökning (tabell 2). I medeltal innehöll detta matjordsskikt drygt 60 % organiskt material (tabell 2). På fyra av fälten, belägna i Närke, togs som nämnts även alvprover (30-60 och 60-90 cm djup) ut, så att sammanlagt 19 jordprover kom att ingå i studien. I dessa organogena jordar avtog mullhalten nedåt i markprofilen (tabell 2). I matjordsskiktet (0-30 cm) i markprofilerna från Närke fanns i storleksordningen 30 ton totalkväve per ha, medan mängderna minskade nedåt i alven. Då volymvikterna inte var kända för alla de undersökta organogena jordarna, har analysvärdena (tabell 3) angivits i mg N/100 g jord (ts). Vid jämförelse av analysresultaten för de båda behandlingarna A (omedelbar extraktion av färska jordprover) och B (djupfrysning i sju dygn) skall det beaktas, att extrakten i det förra fallet förvarades vid +4°C i sju dagar fram till analysen.

Tabell 2. Mulljordar använda för att studera inverkan av djupfrysning av jordprover på halterna ammonium- och nitratkväve i dessa jämfört med omedelbar extraktion av färsk jord. Jordproverna från Närke härstammade från åkerfält i Kvismardalen, där prover togs ut skiktvis i marken (0-30, 30-60 och 60-90 cm). Proverna från Uppland avser enbart 0-30 cm djup. *Table 2. Organic soils used for investigations of the effect of deep-freezing soil samples on their concentrations of ammonium and nitrate nitrogen in comparison with immediate extraction of fresh soil. The soil samples from the province of Närke originated from the Kvismar Valley, where samples were taken layer-wise in the soil (0-30, 30-60 and 60-90 cm soil layers). The samples from Uppland only refer to 0-30 cm.*

Jordar Soils	Markdjup, cm Soil layer, cm	Mullhalt, % av ts Humus content, % of DM	Total-N, ton/ha Total N, tons/ha
Bärsta 1, Närke	0-30	67	29,0
	30-60	67	14,2
	60-90	17	7,8
Bärsta 2, Närke	0-30	56	36,3
	30-60	18	16,4
	60-90	4	4,2
Ytterby, Närke	0-30	58	30,5
	30-60	11	9,8
	60-90	2	1,9
Nynäs, Närke	0-30	56	28,8
	30-60	33	13,4
	60-90	9	11,7
Skärfälten, Uppland	0-30	25	
Högby, Uppland	0-30	95	
Läby, Uppland	0-30	71	
Knutby, Uppland	0-30	62	
Funbo-Lövsta 1, Uppland	0-30	66	
Funbo-Lövsta 2, Uppland	0-30	66	
Funbo-Lövsta 3, Uppland	0-30	55	
Medeltal (0-30 cm djup) <i>Average (0-30 cm soil layer)</i>		62	

### **Ammoniumkväve**

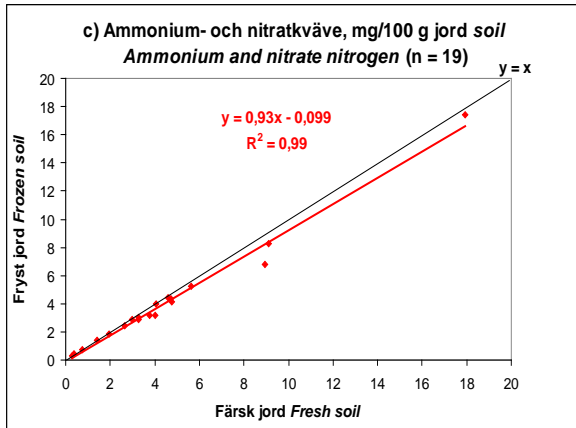
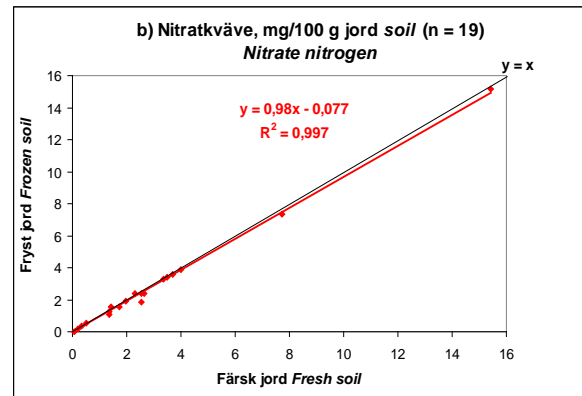
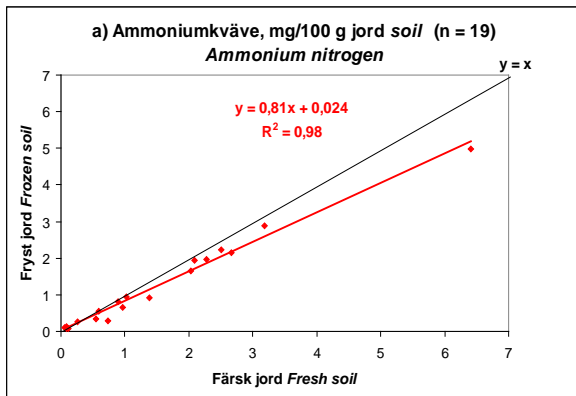
Tabell 3 och figur 1a visar att ammoniumkvävevärdena i extrakten från de färska mulljordsproverna (extraherade dag 0) i genomsnitt blev högre än i extrakten från djupfrysta prover ( $p < 0,001$ ): i medeltal 21,5% högre enligt relativtalen i tabell 3. De förra extrakten lagrades i sju dygn, varefter de analyserades samtidigt med extrakten av fryst jord. Om ammoniumkväve-mängden i ett visst jordlager uppgår till 10 eller 40 kg N/ha enligt bestämning efter extraktion i fruset tillstånd, skulle 21,5 % avvikelse för färsk jord medföra värden på 12 respektive 49 kg N/ha. I det senare fallet överstiger skillnaden i jämförelse med frysta prover det angivna kriteriet för säker tolkning (skillnad  $< 4$  kg N/ha) alltför mycket. Ammoniumkvävemängder om 10 kg N/ha i ett 30-cm-skikt kan sägas tillhöra det vanliga, medan förråd på 40 kg eller ännu mer är sällsynta i icke kvävegödslade organogena åkerjordar i Sverige. Troligen återfinns de bara i markskikt under eller nära grundvattenytan, i kombination med låga pH-vär-

den (jmf. figur 3 och Lindén, 1981b). Enligt figur 2a kan ammoniumkvävevärdena för färsk jord i någon mån tyckas avvika i tilltagande grad från full överensstämmelse med fryst jord (dvs. avvikelser från linjen för  $y = x$ ) ju högre halterna blir, men de procentuella avvikelserna var störst vid låga ammoniumkvävehalter.

Tabell 3. Inverkan på mineralkvävemängderna (mg N/100 g jord som ts) genom djupfrysning av fältfuktiga mulljordsprover vid ca  $-20^{\circ}\text{C}$  i sju dygn och efterföljande extraktion med början i fryst tillstånd, i jämförelse med omedelbar extraktion av färska jordprover. Jordarna härstammade från mulljordsåkerfält i Närke och Uppland (se tabell 2). Varje värde utgör medeltal för två parallella prover. P-värdena avser förekomst av statistiskt signifikanta skillnader mellan resultaten för färska och frysta jordprover.

*Table 3. Effect on the amounts of soil mineral nitrogen (mg N/100 g of dry soil) of deep-freezing field-moist peat soil samples at ca.  $-20^{\circ}\text{C}$  for 7 days and nights and subsequent extraction starting in frozen state, in comparison with immediate extraction of fresh soils. The samples used originated from cultivated organic soils in the provinces of Närke and Uppland (Table 2). Each given value refers to the average of two parallel samples. P values refer to statistically significant differences between results for fresh and frozen soil samples.*

Jordar <i>Soils</i>	Markskikt <i>Soil layer</i>	Färsk jordprover <i>Fresh soil samples</i>			Frysta jordprover <i>Frozen soil samples</i>		
		NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N + NO <sub>3</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	NH <sub>4</sub> -N + NO <sub>3</sub> -N
Bärsta 1	0-30	1,38	7,74	9,12	0,93	7,32	8,25
	30-60	2,50	15,44	17,94	2,24	15,16	17,39
	60-90	1,02	1,96	2,98	0,94	1,91	2,85
Bärsta 2	0-30	3,19	0,08	3,26	2,88	0,03	2,90
	30-60	0,11	2,54	2,65	0,09	2,37	2,46
	60-90	0,26	0,51	0,76	0,26	0,51	0,77
Ytterby	0-30	2,04	1,75	3,78	1,64	1,54	3,18
	30-60	0,08	1,34	1,42	0,13	1,28	1,41
	60-90	0,06	0,33	0,38	0,12	0,34	0,46
Nynäs	0-30	2,67	1,35	4,02	2,14	1,05	3,19
	30-60	0,59	3,48	4,07	0,56	3,40	3,95
	60-90	0,90	3,69	4,59	0,81	3,60	4,41
Skärfälten	0-30	6,41	2,56	8,96	4,99	1,83	6,81
Högby	0-30	0,09	0,19	0,28	0,08	0,21	0,28
Läby	0-30	0,55	1,41	1,96	0,33	1,53	1,86
Knutby	0-30	0,96	2,31	3,27	0,66	2,39	3,04
Lövsta 1	0-30	0,73	4,01	4,74	0,30	3,86	4,16
Lövsta 2	0-30	2,09	2,64	4,73	1,95	2,41	4,35
Lövsta 3	0-30	2,27	3,37	5,64	1,97	3,31	5,28
Medeltal <i>Average</i>		1,47	2,98	4,45	1,21	2,84	4,05
Rel.tal (färsk prover = 100) <i>Relative value (fresh samples = 100)</i>					82,5	95,3	91,1
Rel.tal (frysta prover = 100) <i>Relative values (frozen samples = 100)</i>					121,5	104,9	109,9
P-värde <i>P value</i>					<0,001	<0,001	<0,001



$y = x$

avser linje motsvarande full överensstämmelse mellan värdena för färska och frysta jordprover

*refers to the line corresponding to complete agreement between values for fresh and frozen soil samples*

**Röda linjer:** samband mellan värdena för färska och frysta jordprover

**Red lines:** relationships between values for fresh and frozen soil samples

Figur 2a-c. Inverkan av frysförvaring (i sju dygn) av fältfuktiga mulljordsprover, extraherade med början i fryst tillstånd, på halterna ammonium- och nitratkväve samt summan därav (mineralkväve), jämfört med omedelbar extraktion av färska jordprover. Jordarna härstammade från åkerfält med mulljord i Närke och Uppland (se tabell 2). Varje värde (mg N per 100 g torr jord) utgör medeltal för två parallella prover.

*Figure 2a-c. Effect of deep-freezing field-moist organic soil samples for seven days and nights, with extraction starting in frozen state, on the concentrations of ammonium and nitrate nitrogen and their sums (soil mineral nitrogen), in comparison with immediate extraction of fresh soil samples. The soils used originated from cultivated peat soils in the provinces of Närke and Uppland (Table 2). Each given value refers to the average of two parallel samples.*

### Nitratkväve

Överensstämmelsen mellan resultaten för extrakt av färsk och fryst jord blev mycket god vad gäller nitratkvävet (tabell 3). Detta visas också av den ringa avvikelser från linjen för  $x = y$  i figur 2b, men det finns likväl en statistiskt signifikant skillnad mellan behandlingarna ( $p < 0,001$ ). Av relativtalen i tabell 3 framgår att nitratkvävehalterna i medeltal blev 4,9 % högre i extrakten av färsk jord. För ett visst jordlager med 10 och 40 kg  $\text{NO}_3\text{-N}$  per ha enligt analys efter extraktion av fryst jord skulle en sådan avvikelse för extrakt av färsk jord medföra

värden på 10,5 respektive 42 kg  $\text{NO}_3\text{-N}$ /ha. En skillnad på 4,9 % skulle därmed inte försvåra tolkningen av resultaten enligt det angivna kriteriet för säker analys (skillnad  $< 4$  kg N/ha). Den procentuella avvikelser mellan behandlingarna blev störst vid låga nitratkvävevärden och hade därmed mindre praktisk betydelse.

### ***Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve)***

Som kunde förväntas blev överensstämmelsen mellan färsk och fryst jord för summan av ammonium- och nitratkväve ett mellanting mellan motsvarande resultat för vart och ett av de båda kväveslagen. Sålunda blev enligt relativtalen i tabell 3 mineralkvävemängderna i medeltal 9,9 % högre för extrakt av färsk jord ( $p < 0,001$ ). För mängder på 10 och 40 kg N/ha i ett visst jordlager enligt analys av fryst jord skulle en sådan avvikelse för extrakt av färsk jord medföra analysvärden motsvarande 11 respektive 44 kg N/ha. Dessa avvikelser skulle knappast försvåra tolkningen av resultaten enligt det angivna kriteriet för säker analys (skillnad  $< 4$  kg N/ha) utom vid förhållandevis stora mineralkvävemängder.

Efter extraktionen av färsk mulljord förvarades ju extrakten vid  $+4^{\circ}\text{C}$  i sju dagar, varefter själva bestämningen av ammonium- och nitratkväve utfördes samtidigt, vad gäller extrakten från både färsk och fryst jord. I bedömningen av resultaten efter extraktion av färsk jord kan en viss inverkan tänkas ha uppkommit till följd av lagringen av extrakten. Detta kunde vara en förklaring till de högre värdena efter analys av färsk mulljord i denna undersökning. Efter extraktion med 2M KCl anses dock filtrerade extrakt såsom här generellt vara stabila under flera månader, om de lagras vid låga temperaturer (Bremner & Keeney, 1966; Selmer-Olsen et al., 1971; Nelson & Bremner, 1972). Resultaten tyder dock på att extrakt av organogena jordar bör analyseras direkt, utan lagring.

De undersökta mulljordarna provtogs på senhösten. Halterna ammoniumkväve i mulljordsprofilerna från Kvismardalen (Bärsta 1, Bärsta 2, Ytterby och Nynäs, se tabell 3) motsvarade 15-44 kg och 28-53 N/ha inom 0-30 cm respektive 0-90 cm djup enligt beräkningar baserade på färska jordprover samt aktuella vattenhalter och volymvikter i jordarna (data ej redovisade). Nitratkvävemängderna uppgick enligt samma beräkningar till 14-84 och 65-187 kg N/ha inom 0-30 cm respektive 0-90 cm djup. Summa ammonium- och nitratkväve inom 0-90 cm utgjorde 93-226 kg N/ha. Dessa kväveförråd visar, att de undersökta mulljordarna innehöll betydligt större ammonium- och nitratkvävemängder än man normalt finner i fastmarksjordar på senhösten (jmf. Lindén, 1981b) och även i jämförelse med de matjordar (0-30 cm) som redovisats i tabell 1. Under senhösten brukar fastmarksjordar på gårdar utan djurhållning vanligen innehålla i storleksordningen 30-50 kg mineralkväve per ha inom 0-90 cm djup efter stråsäd (Lindén, 1987; Lindén et al., 1992). Med mineralkväveförråd i mulljordar i storleksordningen 100-200 kg N/ha (0-90 cm) skulle 9,9 % avvikelse vid analys, såsom efter lagring av extrakt av färska jordprover enligt ovan, kunna få viss betydelse för tolkning av analysresultaten eller vid jämförelse med andra jordar.

### ***Konsekvenser av olika sätt att förvara mulljordsprover***

Omedelbar extraktion av färska prover av organogen jord och efterföljande lagring av extrakten i sju dygn vid  $+4^{\circ}\text{C}$  gav visserligen högre ammonium- och nitratkvävevärden än extraktion av frysta prover, som hållits frusna ända fram till tillsatsen av extraktionslösningen 2 M KCl, men i allmänhet blev överensstämmelsen godtagbar enligt kriteriet för säker analys (skillnader  $< 4$  kg N/ha). Det kan som nämnts tänkas att förvaringen av extrakten medverkade till de högre analysvärdena efter extraktion av färsk mulljord. För bedömningar i fältförsök och praktiskt jordbruk av mulljordars kvävetillgång i relation till exempelvis grödornas kvävebehov synes båda behandlingssätten kunna ses som likvärdiga alternativ, men för säkerhets skull bör extrakten analyseras direkt utan förvaring.



### **Experiment 3: Mineralkväve i marken (0-90 cm) i en organogen jord vid Finnsholmen, Västmanlands län – inverkan av kylförvaring av prover jämfört med djupfrysning**

Kvävevärdena för jorden vid Finnsholmen i tabell 4 (mg N/100 g jord som ts) kan jämföras med analyserna av andra mulljordsprover i tabell 3. Eftersom det kan vara svårt att bedöma innebörden av värden i mg N/100 g jord, har resultaten även räknats om till kg N/ha skiktvis i marken med hänsyn till provernas vattenhalter och till volymvikter fastställda enligt ovan.

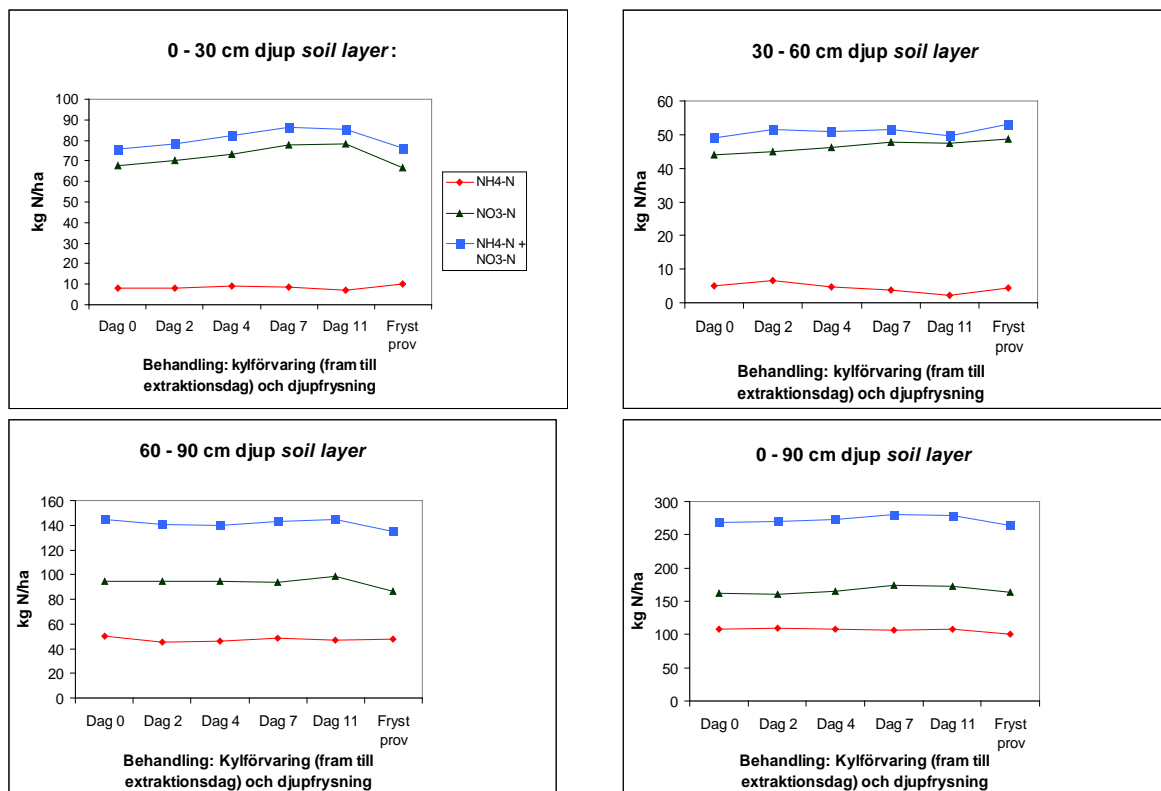
Räknat i kg N/ha (figur 3) synes mängderna ammoniumkväve i skikten 0-30 och 30-60 cm i jorden från Finnsholmen överensstämma med det normala för åkerjordar, av svenska erfarenheter att döma (jmf. Lindén, 1981b). Däremot var de anmärkningsvärt stora på djupet 60-90 cm, där det i svenska fastmarksjordar bara brukar återfinnas något eller några få kg ammoniumkväve per ha (jmf. Lindén 1981b). Orsaken kan här vara att ammoniumkväve, som bildats genom kvävemineralisering i en långvarig process, vaskats ned i alven men där inte nitrifierats på grund av det låga pH-värdet (tabell 4). Vidare torde mineraliserat kväve på detta djup ha förblivit i ammoniumform. Liknande förhållanden med mycket stora mängder ammoniumkväve fann Lindén (1981b) på 150-200 cm djup i en lerjord i Uppland med påtagligt gyttjeinnehåll på denna nivå. Detta jordlager befann sig inom grundvattenzonen. I de fyra mulljordsprofiler från Kvismardalen som redovisats i tabell 3 minskade däremot ammoniumkvävehalterna med djupet i marken i likhet med fastmarksjordar. I markprofilerna på de organogena jordarna både vid Finnsholmen och i Kvismardalen fanns förhållandevis höga nitratkvävehalter.

Tabell 4. Markegenskaper i jordprofilen på en organogen jord vid Finnsholmen, Harbo socken i Västmanlands län samt inverkan på halterna ammonium- och nitratkväve och summan därav (mg N/100 g jord som ts) av kylförvaring av jordprover (+6°C) i 0, 2, 4, 7 och 11 dygn i jämförelse med fryslagring (-20°C) i 11 dygn. Förvaringstiden 0 dygn motsvarar omedelbar extraktion av färska prover (dag 0). Varje värde utgör medeltal för två parallella prover.

*Table 4. Soil properties in the soil profile of an organic soil at Finnsholmen, Harbo in the county of Västmanland and effects on the concentrations of ammonium and nitrate nitrogen and their sums (mg N/100 g of dry soil) of cold-storage (+6°C) for 0, 2, 4, 7 and 11 days and nights, compared with deep-freezing for 11 days and nights. The storage time of 0 days and nights corresponds to immediate extraction of fresh soil samples (day 0). Each given value refers to the average of two parallel samples.*

Markdjup Soil layer	0-30 cm	30-60 cm	60-90 cm
Mullhalt, Humus cont., %	53	15	9
Total-N, ton/ha, tons/ha	28,8	13,4	11,7
pH (H <sub>2</sub> O)	5,3	4,2	3,5
Vol.vikt, Vol.weight, kg/dm <sup>3</sup>	0,43	0,54	0,59

Markdjup Soil layer	0-30 cm			30-60 cm			60-90 cm		
Kväve i jord Soil nitrogen	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	Summa Sum	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	Summa Sum	NH <sub>4</sub> -N	NO <sub>3</sub> -N	Summa Sum
<b>Kylförvaring och dag för extraktion</b>	<b>Cold-storage and day of extraction</b>								
Dag Day 0	0,62	5,23	5,85	0,31	2,78	3,09	5,34	2,82	8,16
Dag Day 2	0,65	5,43	6,07	0,42	2,82	3,24	5,36	2,58	7,93
Dag Day 4	0,71	5,66	6,37	0,31	2,91	3,22	5,34	2,59	7,92
Dag Day 7	0,67	6,04	6,71	0,24	3,00	3,23	5,31	2,76	8,07
Dag Day 11	0,54	6,08	6,61	0,14	2,98	3,12	5,57	2,63	8,19
<b>Frysta prover</b>	<b>Frozen samples</b>								
Dag Day 11	0,78	5,15	5,93	0,28	3,07	3,34	4,91	2,70	7,61



Figur 3. Inverkan på mängderna ammonium- och nitratkväve samt summan därav (mineralkväve) av kylförvaring (+6°C) av prover från en organogen jord vid Finnsholmen i 0, 2, 4, 7 och 11 dygn i jämförelse med fryslagring (-20°C) i 11 dygn. Förvaringstiden 0 dygn motsvarar omedelbar analys av färska prover (dag 0). Värdena i delfigurerna avser kvävemängder (kg N/ha) beräknade för olika markskikt (0-30, 30-60 och 60-90 cm) samt summor för hela djupet 0-90 cm. Varje värde utgör medeltal för två parallella prover. Märk att delfigurernas skalor varierar.

Figure 3. Effects on the amounts of ammonium and nitrate nitrogen and their sums (mineral nitrogen) of cold-storage (+6°C) of organic soil samples for 0, 2, 4, 7 and 11 days and nights compared with deep-freezing for 11 days and nights. The samples originate from Finnsholmen in the county of Västmanland. The storage time of 0 days and nights corresponds to immediate extraction of fresh soil samples (day 0). The values of the individual diagrams refer to amounts of nitrogen (kg N/ha) calculated for different soil layers (0-30, 30-60 and 60-90 cm) and sums for the whole depth (0-90 cm). Each given value refers to the average of two parallel samples. Notice that the scales of the individual figures vary. *Behandling = treatment. Kylförvaring (fram till extraktionsdag) och djupfrysning = Cold-storage (until extraction day) and deep-freezing. Day = Day. Fryst prov = Frozen sample.*

### Kylförvaring

Vid kylförvaring (6°C) av proverna i 2, 4, och 7 dygn uppstod inga påtagligare skillnader ( $p > 0,05$ ) i mängderna ammoniumkväve i jämförelse med omedelbar extraktion av färska prover (dag 0), se tabell 4 och figur 3. Bara vid kylförvaring i 11 dygn uppkom en statistiskt signifikant förändring ( $p < 0,001$ ). Det tycks i stort sett ha rått jämvikt för ammoniumkvävet med avseende på ökning och minskning i jorden från de olika skikten i markprofilen 0-90 cm (figur 3): ca 107 kg N/ha både dag 0 och efter 7 samt 11 dygn. Mängderna i proverna från skikten 0-30 cm och 30-60 cm förblev sålunda oförändrade respektive minskade svagt (tabell 4), troligen till följd av att nitrifikationen i stort sett skett i takt med bildningen av ammo-

niomkväve genom mineralisering. I proverna från 60-90 cm ändrades inte heller ammoniumkvävet påtagligt.

Däremot tilltog vid kylförvaring mängderna nitratkväve i markprofilen som helhet kontinuerligt, om än i liten utsträckning under de fyra första dagarna (figur 3). Ett tillskott på ca 12 kg N/ha fastställdes inom 0-90 cm djup fram till dag 7 och 11 ( $p = 0,009$  resp.  $0,043$ ) i jämförelse med omedelbar extraktion av färska prover. Dessa ökningarna är så pass stora, att skulle kunna störa tolkningen av värdena. Inverkan av provförvaringen vid  $+6^{\circ}\text{C}$  kan jämföras med resultaten från fastmarksjordarna i tabell 1, där påtagligare ökningarna av nitratkvävet samt summa ammonium- och nitratkväve under lagring av prover vid  $+4^{\circ}$  och  $+8^{\circ}\text{C}$  först uppkom efter förvaring längre än sex dygn. Ökningen av nitratkvävet i den organogena jorden från Finnsholmen ägde nästan uteslutande rum i proverna från markskikten 0-30 och 30-60 cm (tabell 4 och figur 3), medan mängden föga påverkades i proverna från 60-90 cm djup. Det senare kan som antytts bero på att mineraliserat kväve i ammoniumform där inte nitrifierades på grund av det låga pH-värdet (3,5) i jämförelse med ovanliggande jordlager (tabell 4).

### ***Frysförvaring***

Efter djupfrysning i 11 dygn fastställdes en praktiskt taget oförändrad mängd nitratkväve i markprofilen 0-90 cm: 163 kg N/ha jämfört med 162 kg före djupfrysningen dag 0, dvs. i färsk jord ( $p > 0,05$ ). I proverna från de olika markskikten uppstod bara små förändringar av ammonium- och nitratkvävevärdena (tabell 4 och figur 3). Sålunda uppkom en ökning av ammoniumkvävet i jorden från skiktet 0-30 cm motsvarande 2 kg N/ha genom djupfrysning, medan värdena i alvskikten avtog något. Mängderna nitratkväve uppvisade också små men mer oregelbundna ökningarna eller minskningar med djupet efter djupfrysning, och ingen statistiskt signifikant skillnad fanns jämfört med extraktion av färska prover dag 0. Dessa divergerande resultat i jämförelsen mellan färska och djupfrysta prover är svåra att förklara med annat än en delvis slumpmässig variation som här haft föga betydelse för markprofilen i sin helhet.

### ***Konsekvenser av olika sätt att förvara prover av organogen jord***

För hela markprofilen 0-90 cm ökade summan av ammonium- och nitratkväve från 269 kg N/ha efter omedelbar extraktion av färsk jord (dag 0) till 273 kg dag 4 samt till ca 280 kg dag 7 och 11 vid kylförvaring ( $+6^{\circ}\text{C}$ ). Ökningen fram till dag 7 och 11 får anses vara alltför stor för säker tolkning av resultaten. Efter djupfrysning ( $-20^{\circ}\text{C}$ ) i 11 dygn erhöles en sammanlagd kvävemängd på 264 kg N/ha, således ca 5 kg N/ha mindre än i färsk jord (figur 3). Detta kan i praktiken inte anses försvåra bedömningen av resultaten för hela djupet 0-90 cm. Liksom för de mulljordsprover som redovisats i tabell 3 synes sålunda omedelbar analys av färsk jord och frysförvaring (utan efterföljande upptining) kunna ses som likvärdiga alternativ, och kylförvaring i några få dagar tycks också vara möjlig.

## **Experiment 4: Studier av frysmalning av frysta prover i jämförelse med upptining**

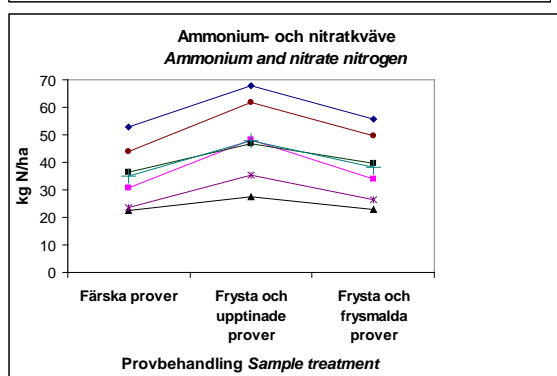
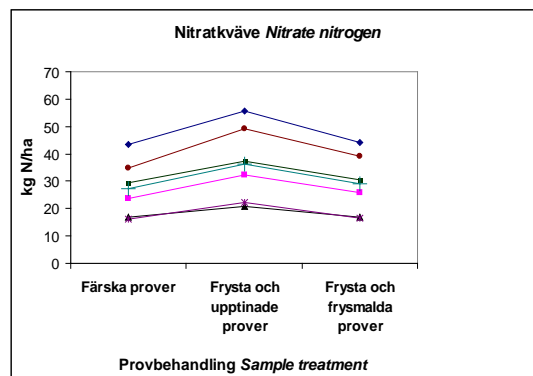
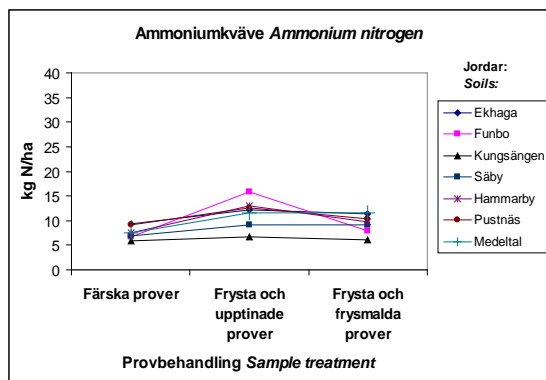
### ***Ammoniumkväve***

Av tabell 5 och figur 4 framgår att i jämförelse med extraktion av färska jordprover ökade mängderna ammoniumkväve i medeltal med 4 kg N/ha (beräknat för ett 30-cm-skikt) i de delprover som tinats upp över en natt (ca 16 timmar) efter frysförvaring (ca  $-20^{\circ}\text{C}$ ). Ökningen var statistiskt signifikant ( $p < 0,001$ ). I en av fastmarksjordarna (Hammarby) tilltog värdet med ca 6 kg och i mulljorden (Funbo) med 9 kg N/ha (figur 4). Motsvarande ökningarna efter extraktion av frysmalda prover, med början i fruset tillstånd, blev 1,5 kg N/ha i genomsnitt för alla sex jordarna ( $p < 0,001$ ), varav drygt 2 kg i Hammarby-jorden och drygt 1 kg i mulljorden från Funbo.

Tabell 5. Inverkan på mängderna mineralkväve av extraktion av frysmalda jordprover utan föregående upptining, i jämförelse med dels färska samt dels frysta och upptinade prover, kg N/ha beräknat för ett 30 cm djupt matjordsskikt. Medeltal för sex jordar från Uppland. De enskilda jordarnas värden framgår av figur 4.

*Table 5. Effects on the amounts of soil mineral nitrogen of extracting frozen soil samples ground in frozen state, in comparison with fresh samples and with frozen and thawed samples, kg N/ha calculated for a 30-cm topsoil layer. Averages of six soils from Uppland. The values of the individual soils are given in Figure 4. Mull = soil organic matter.*

Jordprovernas ursprung samt jordart och mullhalt					
<i>Origin of the soil samples and Swedish notations for soil type and humus content</i>					
Ekhaga mr ML	Funbo M (62 % mull)	Kungsängen mmh SL	Säby mmh SL	Hammarby nmh mo Sa	Pustnäs nmh mo Sa
Provbehandling: <i>Sample treatment:</i>	Extraktion av färsk jordprover <i>Extraction of fresh soil samples</i>	Extraktion av frysta och upptinade pro- ver <i>Extraction of frozen and thawed samples</i>	Extraktion av frysta och upptinade pro- ver <i>Extraction of frozen and thawed samples</i>	Extraktion av frysta och frysmalda pro- ver <i>Extraction of frozen samples ground frozen</i>	
<b>Ammoniumkväve</b> <i>Ammonium nitrogen</i>					
Medeltal	Average	7,6	11,6	9,1	
Medelavvikelse från färsk jord			+4,0	+1,5	
Average deviation from fresh soil			(+52,6 %)	(+19,7 %)	
<b>Nitratkväve</b> <i>Nitrate nitrogen</i>					
Medeltal	Average	27,4	36,3	28,9	
Medelavvikelse från färsk jord			+8,9	+1,5	
Average deviation from fresh soil			(+32,5 %)	(+5,5 %)	
<b>Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve)</b> <i>Sum of ammonium and nitrate nitro- gen</i>					
Medeltal	Average	35,0	47,9	38,0	
Medelavvikelse från färsk jord			+12,9	+3,0	
Average deviation from fresh soil			(+36,9 %)	(+8,6 %)	



Färiska prover = *Fresh samples*

Frysta och tinade prover = *Frozen samples thawed before extraction*

Frysta och frysmalda prover = *Frozen samples ground in frozen state before extraction*

Märk att de olika figurernas skalor varierar.  
*Notice that the scales of the different figures vary.*

Figur 4. Inverkan på mineralkvävemängderna av extraktion av frysmalda jordprover utan föregående upptining, i jämförelse med extraktion av dels färiska och dels frysta och upptinade prover, kg N/ha beräknat för ett 30 cm djupt matjordsskikt för var och en av sex provtagna jordar från Uppland (tabell 5). Varje värde utgör medeltal för tre parallella prover.  
*Figure 4. Effect on the amounts of soil mineral nitrogen of extracting frozen soil samples ground in frozen state, in comparison with extraction of fresh samples and with frozen samples thawed before extraction, kg N/ha calculated for a 30-cm topsoil layer for each one of six sampled soils from the province of Uppland (Table 5). Each value refers to the average of three parallel samples.*

### Nitratkväve

Mängderna nitratkväve blev i medeltal ca 9 kg N/ha större i de tinade proverna än efter omedelbar extraktion av färsk jord (tabell 5 och figur 4). Skillnaden var statistiskt signifikant ( $p < 0,001$ ). I jorden från Ekhaga och Pustnäs blev ökningen drygt 12 kg respektive drygt 14 kg N/ha (figur 4). Sådana avvikelser måste försvåra tolkningen av resultaten enligt det angivna kriteriet för säker analys (skillnad  $< 4$  kg N/ha). Efter frysmalning stannade medelökningen vid 1,5 kg N/ha, vilket ändå innebar ett statistiskt signifikant tillskott ( $p < 0,001$ ). Bara i jorden från Pustnäs fastställdes påtagligt större bildning av nitratkväve (4,5 kg mer per ha).

### Summa ammonium- och nitratkväve (mineralkväve)

I jämförelse med extraktion av färsk jord orsakade upptining en statistiskt signifikant ökning av summan av ammonium- och nitratkväve med i medeltal ca 13 kg N/ha ( $p < 0,001$ ), med de största tillskotten på 15-18 kg N/ha i tre fall (figur 4). Sådana ökning är alltför stora enligt det angivna kriteriet för säker analys (skillnad  $< 4$  kg N/ha). Efter frysmalning tilltog mängderna med genomsnittligt 3 kg  $\text{NH}_4\text{-N} + \text{NO}_3\text{-N}$  per ha jämfört med färsk jord ( $p < 0,001$ ), med en största ökning på ca 6 kg i sandjorden från Pustnäs.

### ***Konsekvenser av frysmalning i jämförelse med upptining av fryst jord***

Både upptining och frysmalning av fryst jord gav visserligen upphov till statistiskt signifikanta ökning av mängderna ammonium- och nitratkväve. Men frysmalning av jord synes medföra högst måttliga tillskott av ammonium- och nitratkväve i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord och tycks klara kriteriet för säker analys (skillnad <4 kg N/ha). De frysmalda proverna hade här bevarats i fruset tillstånd från malning till invägning och omedelbart efterföljande extraktion i 2 M KCl, till att börja med i fryst tillstånd. En ökning med 3 kg NH<sub>4</sub>-N+NO<sub>3</sub>-N per ha inom 0-30 cm djup, vilket i medeltal fastställdes för de sex jordarna, kan ses som liten i jämförelse med olika gröders normala kväveupptag och bör vanligen inte heller äventyra kvävebalansräkningar i odlingssystem med kväve i jord och grödor. Den studerade mulljorden från Funbo avvek inte från de fem undersökta fastmarksjordarna i detta avseende. Däremot tycks upptining av frysta jordprover över natten på en laboratoriebänk medföra så pass stora tillskott av både ammonium- och nitratkväve, att denna metod bör undvikas.

Visserligen blev ökningen av ammoniumkvävet genom frysmalning procentuellt sett ganska stor (i medeltal 20 %, se tabell 5), men detta måste ses mot bakgrund av de ganska små förändringarna uttryckt i kg N/ha och den högst måttliga ökningen, också i kg N/ha. Esala (1994 och 1995) fann procentuellt än mer betydande ökning av ammoniumkvävet efter frysmalning av jordprover, medan nitratkvävet föga påverkades. Vidare fann Esala (1994) ökade mängder nitratkväve efter upptining av frysta prover. Efter upptining vid +4°C fastställde visserligen Esala (1995) små förändringar av ammonium- och nitratkvävet till att börja med, men med tilltagande förvaring av upptinad jord (mer än fyra timmar) steg nitrathalten allt mer.

Man kan ju tänka sig att tina frysta jordprover i kylskåp över natten istället för att lägga dem på en laboratoriebänk, men detta medför längre upptiningstid, om proverna väger så mycket som 1-2 kg eller mer. Sådana jordmängder är vanliga med hänsyn till det antal borrhstick (ca 10-25 st.) som krävs för att proverna väl skall representera provtagningsplatsernas kvävetillstånd. Den stora jordmängden i kombination med upptining genom kylskåpsförvaring skulle försvåra det praktiska provberedningsarbetet, samtidigt som förlängd upptiningstid i kylskåp ju också kan leda till tillskott av mineralkväve. Vidare är det som nämnts svårt att homogenisera kladdiga prover i icke fruset tillstånd. Med hänsyn till dessa olika problem förefaller frysmalning vara att föredra.

Som framgått extraherades jordarna genom skakning över natten, vilket gäller alla experimenten 1-4. Esala (1994) fann emellertid att tilltagande tid för extraktion med 2 M KCl (0,5, 1,0, 6,0 och 20,0 timmar) medförde stigande mängder ammoniumkväve, medan nitratkvävet bara påverkades i liten utsträckning. Esala (1994) föreslog därför, att för ammoniumbestämning bör jordprover inte extraheras längre än 1-2 timmar.

### **Jämförelse med internationell standard och metoder använda i några andra länder för förvaring och homogenisering av jordprover i samband med bestämning av mineralkväve**

I äldre litteratur beskrivs torkning av jordprover avsedda för mineralkvävebestämning som en möjlig metod, men risken är stor för förhöjda ammonium- och nitratkvävehalter, vilka stiger med tilltagande torktemperatur, se litteraturöversikt av Lindén (1979, 1981a) och Tan (2005). Torkning har varit vanlig i USA och Kanada när det gäller nitratanalys för bestämning av kvävegödslingsbehovet (Lindén, 1979). I Ukraina torkas för närvarande mineralkväveprover, som sedan sänds till Eurofins i Kristianstad i torrt tillstånd för analys (Gustavsson, pers. medd.). Tan (2005) föreslår för säkerhets skull "omedelbar" analys av fuktiga jordprover.

Liknande rekommendationer (förvaring av proverna vid 2-4°C i högst några få dagar) tillkom i Västtyskland redan på 1970-talet i samband med införandet av den s.k.  $N_{\min}$ -metoden för kvävegödsling (Scharpf, 1977).

Bestämning av jords innehåll av ammonium- och nitratkväve beskrivs sedan 2005 i en internationell standard (ISO 14256-2:2005), som också ingår i svensk standard (SS-ISO 14256-2:2005). Enligt standarden skall proverna (jord, slam, organiskt avfall m.m.) analyseras så fort som möjligt och skyddas mot uppvärmning under provtagningsarbetet. Transporten till laboratoriet skall genomföras så, att ingen uppvärmning äger rum. Transport i kyllåda anbefalls. Om proverna analyseras inom tre dagar, anses det tillräckligt att förvara dem vid +4°C. I annat fall bör de lagras djupfrysade vid -20°C. Djupfrysning anges möjliggöra förvaring i åtskilliga veckor utan någon signifikant ändring i innehållet av mineralkväve. När mineralkväve bestäms i djupfrysade prover, utgår man i standarden ifrån att proverna först kommer att tinas upp. Det anges därför vara fördelaktigt att före djupfrysningen homogenisera det fuktiga provet och att då ta ut och frysförvara det delprov som sedan skall extraheras och därmed ingå i analysen. En sådan lösning får dock anses opraktisk. Under upptiningen måste temperaturen och tiden hållas under kontroll. Upptiningstiden påverkas också av provets storlek. Det uppges att djupfrysade prover kan tinas vid rumstemperatur, om de homogeniseras och extraheras inom fyra timmar efter påbörjad upptining. Det anges också vara möjligt med upptining vid +4°C, men upptiningstiden bör då inte överstiga 48 timmar. För bestämning av innehållet av ammonium- och nitratkväve extraheras proverna med 1 M KCl i jord-vätskeförhållandet 1:5 vid rumstemperatur (+20°C). Efter skakning i en timme centrifugeras vätskan. Vattenhalten i det ursprungliga jordprovet bestäms i ett delprov efter torkning vid 105°C, varefter av innehållet av ammonium- och nitratkväve beräknas i relation till jordens torrsvikt.

I Tyskland och Belgien följer man uppenbarligen anvisningarna i ISO 14256 (Østergaard et al., 2011). I Tyskland rekommenderas sålunda att jordprover förvaras i plastpåsar och sedan läggs i kyllådor med fryselement för transport (Schültken, 2003). Sker extraktion inom tre dagar, kan proverna lagras i kylutrymme (4°C). I annat fall djupfrysas de. Vid Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft i Tyskland (König & Kießling, 2001; www.tll.de) har en undersökning gjorts av olika sätt att förvara jordprover avsedda för mineralkväveanalys. Kylförvaring (+4°C) konstaterades här visserligen vara den i praktiken väsentligaste åtgärden för att minimera förändringarna i mineralkväveinnehållet efter provtagning, men halterna steg naturligt nog med tilltagande lagringstid. Det angavs att proverna bör nå laboratoriet inom tre dagar, även om en viss ökning av mineralkvävet hade fastställts redan då. Om proverna måste djupfrysas, rekommenderas upptining vid +20°C under mindre än fem timmar. Djupfrysning av jordprover avsedda för bestämning av mineralkväve förekommer i Tyskland. Sålunda använde sig Henke et al. (2008) av djupfrysning vid insamling av jordprover från olika delar av Tyskland, varvid dessa först kylförvarades i plastpåsar under provtagningen och sedan djupfrysades. Upptiningen ägde rum vid rumstemperatur inför mineralkvävebestämning.

I Danmark fann man i en undersökning av förbehandling av jordprover avsedda för mineralkvävebestämning (Østergaard et al., 2011), att det bästa är att analysera proverna snarast efter uttagning i fält eller efter förvaring i högst 24 timmar vid 0...+2°C. Om detta inte är möjligt bör man förvara proverna nedfrysade tills analys är möjlig. Efter djupfrysning ansågs den bästa tekniken vara att krossa det frysta provet och extrahera direkt med början i fruset tillstånd. Upptining vid rumstemperatur angavs vara en nödlösning på grund av risk för förhöjda värden. Även förvaring i kylskåp vid 7°C i mer än 24 timmar befanns ge ökat nitratinnehåll, som bara delvis motsvaras av minskat ammoniuminnehåll.



I Danmark offentliggörs varje vår kvävegödslingsprognoser, som grundas på provtagningar inom det s.k. *Kvadratnettet*. Detta innefattar ca 850 fastliggande ”måleflader” systematiskt fördelade över landet, varav omkring 600 sådana provtagningsytor på jordbruksmark (se t.ex. Østergaard, 2010; Østergaard et al., 2011). Jordprover tas ut i februari, förvaras i kyllådor, djupfrysas samma dag och sänds med iltransport till laboratoriet, där de tas emot i fruset tillstånd dagen därpå och sedan förvaras frysta. Proverna krossas, finfördelas, vägs in i fruset tillstånd (100 g jord) och extraheras med 200 ml 1 M KCl genom skakning i en timme.

I den svenska ”Försökshandboken” ([www.ffe.slu.se/utbildning/forsokshandbok](http://www.ffe.slu.se/utbildning/forsokshandbok)) förskrivs att jordprover, som tas ut i jordbruksförsöksverksamheten för bestämning av mineralkväve, skall förvaras i förslutna plastpåsar efter provtagningen, varefter de snarast djupfrysas och förvaras frysta till dess att analysen utförs. Anvisningar för själva analysarbetet beskrivs inte. Vid Eurofins Food & Agros laboratorium i Kristianstad rekommenderas följande hantering av mineralkväveprover uttagna vid s.k. kvävekartering och avsedda för kvävegödslingsprognoser på enskilda gårdar ([www.eurofins.se/tjanster/lantbruk/jord](http://www.eurofins.se/tjanster/lantbruk/jord)): ”Så snart som möjligt efter provtagningen ska proven frysas in. De helt frusna proven packas ned i en lämplig kartong. Emballera gärna med tidningar som isolerar bra.” Proverna sänds sedan frusna med Posten eller ett namngivet expeditionsföretag till laboratoriet. Det var vid detta laboratoriums föregångare Lantbrukskemiska Stationen i Kristianstad (se ovan), som frysmalning först infördes, men numera tinar man de frysta proverna (Gustavsson, pers. medd.). För detta placeras de i rumstemperatur och homogeniseras så fort de börjar mjukna tillräckligt.

De ovan redovisade, egna undersökningarna bekräftar föreskrifterna i den internationella standarden ISO 14256-2:2005 och anvisningarna i bl.a. Tyskland om att kylförvaring och omedelbar eller mycket snar analys av färska prover vore att föredra, men detta är som diskuterats ytterst sällan möjligt i praktiken i forskning och försöksverksamhet. Enligt de egna studierna och Esalas (1994 och 1995) undersökningar synes upptining av djupfrysta jordar inte vara att rekommendera till följd av risk för förhöjda mineralkvävehalter. Det tycks således vara bäst att frånga ISO 14256-2:2005 vad gäller användning av upptining. I likhet med förfarandet vid bestämningar av mineralkväve inom ramen för ”Kvadratnettet” i Danmark synes det vara att föredra att krossa eller frysmala djupfrysta jordprover för homogenisering av dem samt att sedan väga in och extrahera jorden med början i fruset tillstånd.

## Slutsatser

**Förvaring vid plusgrader.** I samband med jordprovtagning för bestämning av mineralkväve uppkommer frågan hur snabbt proverna måste tas om hand efter provtagningen och hur de skall förvaras, för att önskad kväveomsättning inte skall uppkomma. Resultaten i tabell 1 och figur 1 tyder på att åtminstone någon dags förvaring av färsk jord vid temperaturer upp till +20°C är möjlig. Man bör följaktligen kunna räkna med godtagbar säkerhet vid bestämningar av mineralkväve även vid provtagning under dagar med normalare sommartemperaturer och under efterföljande kortare biltransport från försöksplatsen, i fall att man inte har möjlighet att genast förvara proverna vid låg temperatur. Kyllåda bör användas för säkerhets skull. Ovan citerade utländska erfarenheter tyder på att man bör förvara proverna i kyla redan från början. ISO 14256-2:2005 föreskriver kylförvaring genast efter provtagningen.

**Frysförvaring.** Djupfrysning av fastmarksjordar vid ca -20°C medförde ganska oförändrade mängder ammonium- och nitratkväve i jämförelse med omedelbar extraktion av färsk jord (tabell 1 och figur 1). Skillnaderna klarade kriteriet för säker analys (skillnad <4 kg N/ha). Det kan visserligen invändas, att djupfrysning orsakade tydliga förändringar i mängderna ammoniumkväve, men räknat i kg N/ha har detta generellt sett liten betydelse. Djupfrysning synes också medge säker förvaring av mulljordsprover (tabell 2 och 4 samt figur 2 och 3). Även om förvaring av jordprover vid kylskåpstemperatur (ofta definierad som +4°...+8°C) i några få dagar tycks vara möjlig (tabell 1 och 4 samt figur 1 och 3), ger djupfrysning större handlingsfrihet. Förvaras och transporteras proverna i djupfrost tillstånd, kan transport, provberedning och analys utföras när man har bäst tid. Införs dessutom den regeln, att proverna djupfrysas redan samma dag som de tagits ut och att de inte vid något tillfälle får tina upp före provberedning och analys, undviker man risker som missförstånd, bristande kunskap och glömska kan medföra i provhanteringen.

**Homogenisering genom upptining eller frysmalning.** Förvaras fältfuktiga jordprover vid plusgrader blir homogeniseringen ofta mycket arbetsam och tidsödande, eftersom detta arbete är svårt att mekanisera. Detta gäller särskilt om det är fråga om kladdiga lerjordsprover. Med djupfrysning och efterföljande frysmalning med kvarn förenklas detta arbete. När djupfrysta prover skall homogeniseras och analyseras, finns annars möjligheten att tina och sedan blanda dem. Förutom besvärligt homogeniseringsarbete medför dock denna upptining risk för förhöjda mineralkvävevärden (tabell 5 och figur 4), vilket som nämnts även fastställts av bl.a. Anderson (1981), Svensson (1983, pers. medd.) och Esala (1994 och 1995). Det synes därför vara bäst att aldrig låta jordproverna tina upp före homogenisering och tillsats av extraktionsvätska. Frysmalning förefaller visserligen medföra något förhöjda halter av ammonium- och nitratkväve (tabell 5 och figur 4) i relation till omedelbar extraktion av färsk jord, men dessa förändringar tycks vara förhållandevis små. De klarar kriteriet för säker analys (skillnad <4 kg N/ha) och är av liten betydelse jämfört med t.ex. grödornas kvävebehov och brukliga gödselkvävemängder. Ökningarna kan som diskuterats bero på att frysmalningen krossar och sönderdelar mikroorganismer och eventuellt även andra former av organiskt material, så att ammoniumkväve läcker ut i extraktionsvätskan. Vidare medför frysning i sig självt strukturella förändringar i jorden, varigenom mikroorganismer, jord och annat material sönderdelas och nya ytor blottläggs för mikrobiell aktivitet. Följderna därav tycks dock kunna motverkas om man undviker upptining av jorden efter frysmalningen.

Frysmalning synes således vara en jämförelsevis säker metod, som också underlättar arbetet genom att den malda, ännu frusna jorden som nämnts möjliggör snabb invägning, omedelbart följd av extraktion. Användning av frysmalningskvarn underlättar också standardisering av homogeniseringen, så att denna blir lika effektiv för alla prover. Genom införandet av frys-

malningen har möjligheten öppnat sig att skapa en lätthanterlig, obruten "fryskedja" från infrysning av uttagna jordprover, tills det finns tid att analysera dem.

**Kontrollbestämning.** Ibland misstänks slumpartade analysfel vid bestämning av ammonium- och nitratkväve i jord. Då behövs en säker kontrollbestämning. Hålls de frysmalda proverna i fruset tillstånd tills de åter läggs in för frysförvaring, borde möjligheter finnas för säkrare ombestämning av resultaten än om proverna förvaras vid plusgrader under hela lagringstiden eller om frysta prover tinas upp inför homogeniseringen och den första extraktionen samt därefter fryses igen.

**Arbetsgång från provtagning till analys.** De jordprover som använts i undersökningarna representerade mycket skilda jordarter och mullhalter, och de innehöll ammonium- och nitratkvävemängder av skiftande storleksordning. Studierna täcker därför ett brett spektrum av jordarts- och mineralkväveförhållanden i åkermark. Resultaten tyder på att prover av organogen jord kan hanteras på samma sätt som fastmarksprover, men för säkerhets skull bör extrakten analyseras direkt utan förvaring. För hantering av jordprover efter provtagning samt under transport, förvaring och homogenisering föreslås följande arbetsgång på basis av de ovan redovisade studierna, refererade undersökningar och mångåriga erfarenheter av mineralkvävebestämning vid Avdelningen för växtnäringlära och dess efterföljare.

- *Vid provtagningen stoppas jordproverna så fort som möjligt i plastpåsar och försluts bl.a. för att förhindra vattenavgång. Lägg påsarna snarast i en kylåda med lock och under provtagningsarbetet för att motverka uppvärmning och stegrad mikrobiell aktivitet. Ställ lådan i skugga, om vädret är soligt och varmt, så att jorden inte utsätts för stark uppvärmning. Lägg gärna fryselement i lådan vid risk för uppvärmning.*
- *Förvara fyllda kylådor i skugga utomhus under fältarbetet istället för att ställa in dem i en soluppvärmd bil. Under längre transporter i varmt väder från provtagningsplatsen är det en fördel om provlådorna täcks över och om bilen är luftkonditionerad, så att uppvärmning av proverna motverkas.*
- *Frys helst in jordproverna redan samma dag som de tagits ut. Ett undantag kan vara om analysen är brådskande och proverna genast sänds till ett laboratorium. Då bör de dock transporteras i kylt tillstånd (högst +4°C), t.ex. med en speditionsfirma som utför kyltransporter. Frysta prover kan sändas med frysbil till laboratoriet. Där skall de genast tas om hand, så att de inte glöms bort med risk att jordproverna tinar. Principen för provberedning, invägning och extraktion är sedan, att jorden hålls i fruset tillstånd hela tiden fram till dess att extraktionsvätskan har till tillsatts.*
- *I samband med provberedningen tas proverna inte ut från frysförvaringen förrän i det ögonblick då de skall frysmalas. Före frysmalning krossas stora jordklumpar till mindre stycken med en större hammare e.d. för att underlätta malningen (figur 6 och 7, bilaga 1). Provet slås då sönder liggande inne i en plastpåse för att undvika att jord stänker så att delar av provet kan gå förlorade. Ju kallare de frusna proverna är, desto effektivare sker malningen. Sänkning av temperaturen till ca -30°C gör proverna "sprödare" och därmed lättare att frysmala. Vid malning med ett mellanrum på 5-10 mm mellan rivhjulet (med dess rivplattor) och luckans innervägg bildas av lerjordsprover jordfragment med 5-10 mm Ø och mindre (figur 10, bilaga 1). Sandjord blir mer finmald. Det tar vanligen bara ett antal sekunder tills ett prov är malt. Efter malningen är emellertid jordprovet normalt inte tillräckligt homogent. Därför blandas jorden ytterligare för hand och läggs i*

en plastpåse, men detta moment kan också utföras med en särskild roterande blandare (figur 11, bilaga 1). Väg efter malningen genast in den frysmalda jorden för att förhindra upptining eller lägg tillbaka jordpåsen i frysutrymmet tills invägning kan ske.

Det finns ställskruvar överst på rensluckan. Med dem kan luckan regleras, så att avståndet från denna till det rivhjulet kan ändras efter önskemål om finhetsgrad vid malningen.

- Väg in en lämplig mängd fryst jord för extraktion i en plastflaska, som sedan försluts med lock. Tillsätt genast extraktionsvätskan 2 M KCl (innan upptining sker). Detta kan ske i jord-vätskeförhållandet 1:2,5 (t.ex. 100 g fältfuktig jord och 250 mL KCl-lösning eller 40 g och 100 mL). Den större jordmängden kan väljas om de frysmalda jordfragmenten är relativt stora, eftersom man med mer invägd jord bättre täcker variationen i ursprungsprovets innehåll av mineralkväve. Ett separat delprov tas samtidigt ut för vattenhaltsbestämning genom torkning vid 105°C. Härfter läggs plastpåsen med resterande jord genast tillbaka i frysen, så att oönskade förändringar i mineralkväveinnehållet motverkas, om kontrollbestämning senare behöver göras.
- Under extraktionen finns risk att lerklumpar inte sönderdelas och dispergeras helt om skaktiden är för kort, även om skakning sker i en s.k. rundskak (med t.ex. 15 varv/minut). Extraktion över natten underlättar fullständig dispergering, men Esala (1995) påpekar att detta kan medföra förhöjda ammoniumkvävevärden. Extraktion genom skakning under loppet av 1-2 timmar tycks därför vara säkrast. I den internationella standarden ISO 14256-2:2005 anges en timmes skaktid. Efter filtrering av extrakten kan dessa enligt refererade undersökningar förvaras en längre tid utan risk för förändringar i mineralkväveinnehållet. För säkerhets skull förvaras dock extrakten nära 0°C fram till analys. Centrifugering kan lämpligen ersätta filtrering (Østergaard et al., 2011).

## Referenser

Adu, J.K. & Oades, J.M. 1978, Physical Factors influencing decomposition of organic materials in soil aggregates. Soil Biol. Biochem. 10, 109-115.

Anderson, L.E. 1981. Kvävemineralisering och kväueupptagning på mulljord i jämförelse med lerjord. Examensarbete i växtnäringslära, december 1981. Avdelningen för växtnäringslära, Institutionen för markvetenskap, Sveriges lantbruksuniversitet, 59 s.

Andersson, S. 1955. Markfysikaliska undersökningar i odlad jord. VIII. En experimentell metod. Grundförbättring 8, specialnummer 2, 98 s.

Beck, Th. 1979. Die Nitrifikation in Böden (Sammelreferat). Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde 142, 344-364.

Bremner, J.M. & Keeney, D.R. 1966. Determination and isotope-ratio analysis of different forms of nitrogen in soils: 3. Exchangeable ammonium, nitrate, and nitrite by extraction-distillation methods. Soil Science Society of America Proceedings 30, 577-582.

Esala, M.J. 1994. Deep-freezing pretreatment and time of extraction of soil samples for inorganic nitrogen determination. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 25, 651-662.

Esala, M.J. 1995. Changes in the extractable ammonium- and nitrate-nitrogen contents of soil samples during freezing and thawing. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 26, 61-68.

Fältforsk, Sveriges lantbruksuniversitet. 2012. Provtagningar, Jordprover. I: Försökshandbok (red. B. Andersson), Del 1 – planering och genomförande (version 2012-06-01), avsnitt 8.2 (s. 95-96), [www.ffe.slu.se/utbildning/forsokshandbok](http://www.ffe.slu.se/utbildning/forsokshandbok), 98 s.

Gerber, H. 1979. Erfahrungen mit der  $N_{\min}$ - und Heißwassermethode. *Veröffentlichungen der Landwirtschaftlich-chemischen Bundesversuchsanstalt Linz/Donau, Österreich*, 13, 91-99.

Harmsen, G.W. & Kolenbrander, G.J. 1965. Soil organic nitrogen. I: Soil Nitrogen, *Agronomy* 10, American Society of Agronomy, Madison, USA, 48-49.

Henke, J., Böttcher, U., Neukam, D., Sieling, K. & Kage, H. 2008. Evaluation of different agronomic strategies to reduce nitrate leaching after winter oilseed rape (*Brassica napus* L.) using a simulation model. *Nutr. Cycl. Agroecosyst.* 88, 299-314.

International Standard (ISO Standard) 2005. Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution – Part 2: Automated method with segmented flow analysis (ISO 14256-2:2005, IDT), fastställd 2005-01-12, 1<sup>st</sup> edition, 12 s.

Lindén, B. 1979. Kvävegödsling baserad på bestämning av mineralkväveförrådet i marken. Lägesrapport om N-prognosverksamhet i några europeiska länder och i Nordamerika. Avdelningen för växtnäringslära. Institutionen för markvetenskap, Sveriges lantbruksuniversitet, rapport 122, 102 s.

Lindén, B. 1981a. Ammonium- och nitratkvävet rörelser och fördelning i marken. II. Metoder för mineralkväveprovtagning och -analys. Avdelningen för växtnäringslära. Institutionen för markvetenskap, Sveriges lantbruksuniversitet, rapport 137, 117 s.

Lindén, B. 1981b. Sambandet mellan odlingsåtgärderna och markens mineralkväveförråd. *Kungl. Skogs- och lantbruksakademien*, rapport nr 5, 1981, 67-123.

Lindén, B. 1987. Kvävemineralisering vid olika driftsformer – djurhållningens och stallgöd-selns inverkan. I: Husdyrgöds-las virkningar på jord og avling. NJF-seminarium nr 113, NJF-utredning/rapport nr 39, 78-94.

Lindén, B., Lyngstad, I., Sippola, J., Søgaard, K. & Kjellerup, V. 1992. Nitrogen mineralization during the growing season. II. Influence of soil organic matter, and effect on optimum nitrogen fertilization of spring barley. *Swedish J. agric. Res.* 22: 49-60.

Lindén, B., Engström, L., Aronsson, H., Hessel Tjell, K., Gustafson, A., Stenberg, M. & Rydberg, T. 1999. Kvävemineralisering under olika årtider och utlakning på en mojord i Västergötland. Inverkan av jordbearbetningstidpunkter, flytgödseltillförsel och insådd fånggröda. *Avd. f. vattenvårdslära, Sveriges lantbruksuniversitet, Ekohydrologi* 51, 57 s.

Keeney, D.R. & Nelson, D. W. 1982. Nitrogen – inorganic forms. In: *Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological properties. Agronomy Monograph no. 9.* American Society of Agronomy and Soil Science Society of America, Madison, USA, 643-698.

König, V. & Kießling, G. 2001. Untersuchungsergebnisse und Hinweise zur sachgerechten Behandlung von N<sub>min</sub>-Bodenproben. Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft, Jena, Tyskland, [www.tll.de/ainfo/pdf](http://www.tll.de/ainfo/pdf), 3 s.

Scharpf, H.-C. 1977. Der Mineralstickstoffgehalt des Bodens als Maßstab für den Stickstoffdüngerbedarf. Fakultät für Gartenbau und Landeskultur der Universität Hannover. Dissertation, 172 s.

Schültken, H. 2003. Vorläufige Empfehlungen zur Durchführung von Herbst-Nmin-Programmen: Optimierung von Herbst-Nmin-Programmen zur Erfolgskontrolle von Grundwasserschutz-Maßnahmen und Prognose der Sickerwasserqualität. Niedersächsisches Landesamt für Ökologie, Abt. 3: Wasserwissenschaft, Gewässerschutz, 16 s.

Selmer-Olsen, A.R., Øien, A., Bærug, R. & Lyngstad, I. 1971. Pretreatment and storage of soil samples prior to mineral nitrogen determination. *Acta Agric. Scand.* 21, 57-63.

SIS Swedish Standards Institute 2005. Markundersökningar – Bestämning av nitrat, nitrit och ammonium i fältfuktig jord genom extraktion med kaliumkloridlösning – Del 2: Automatisk metod med bestämning i segmenterat flöde (ISO 14256-2:2005, IDT), fastställt 2005-05-13, utgåva 1, 15 s.

Stenberg, M., Aronsson, H., Lindén, B., Rydberg, T. & Gustafson, A. 1999. Soil mineral nitrogen and nitrate leaching losses in soil tillage systems combined with a catch crop. *Soil & Tillage Research* 50, 115-125.

Storrier, R.R. 1966. The pre-treatment and storage of soil samples for nitrogen analyses. *The Journal of the Australian Institute of Agricultural Science* 32, 106-113.

Tan, K.H. 2005. Soil sampling, preparation and analysis. Second edition. Taylor & Francis, London, New York, Singapore, 604 s. (s. 32).

Tyler, K.B., Broadbent, F.E. & Hill, G.N. 1959. Low-temperature effects on nitrification in four California soils. *Soil Science* 87, 123-129.

Østergaard, H.S. 2010. Prognose for kvælstofbehovet 2010. Oversigt over landsforsøgene 2010. Forsøg og undersøgelser i dansk landbrugsrådgivning (red. Pedersen, J.B.), Videncentret for Landbrug, Planteproduktion, Skejby, Århus N, Danmark, s. 210-211.

Østergaard, H.S., Ernsten, V., Petersen, B.M., Vinther, F.P. & Kristensen, K. 2011. Mineralsk kvælstof i jord (N-min), måling og anvendelse. I: Jordanalyser – kvalitet og anvendelse (red. Rubæk, G.H. & Sørensen, P.). DCA rapport nr 002, december 2011, DC – Nationalt Center for Fødevarer og Jordbrug, Tjele, Danmark, s. 33-52.

### **Personliga meddelanden**

Björn Gustavsson, Eurofins Food & Agro, Estrids väg 1, 291 65 Kristianstad.

Magnus Håkansson, Hushållningssällskapet Halland, Lilla Böslid, 30596 Eldsberga.

Hans Spelling Østergaard, Videncentret for landbrug, Planteproduktion, Agro Food Park 15, DK-8200 Århus N.

## Bilaga 1

### Beskrivning av arbetsgången vid frysmalning av jordprover avsedda för mineralkvävebestämning



#### Omslagsbild:

Frysmalningskvarn (höjd: 50 cm) i det tidigare laboratoriet vid Avdelningen för växtnäringslära och markbiologi, Institutionen för mark och miljö, i februari 2009. Kvarnens frontlucka (renslucka) är stängd vid malning, då fryst jord uppifrån trycks ned vertikalt genom trumman och krossas av 80 ”rivplattor” (skär av hårdmetall) på ett roterande ”rivhjul” (vals med 15 cm Ø, varvtal ca 700 rpm), som drivs av en elmotor (1,1 kW). Under malningen passerar jorden mellan valsen och den stängda rensluckan, med insida av hårdstål. Avståndet mellan valsen och luckan är inställbart för reglering av malningens finhetsgrad och därmed de malda jordfragmentens storlek. Minskat avstånd ger mindre jordfragment. Det malda och homogeniserade provet kommer ut i en behållare under rivhjulet (utrymme här dolt bakom den öppna luckan). Provbehållaren dras ut vid tömning. När rensluckan är öppnad, omöjliggör en säkerhetsbrytare ofrivillig start av motorn.

#### Cover:

*Picture of the mill constructed for grinding frozen soil samples. The front door of the mill is closed during grinding. The frozen soil sample is pressed down through a vertical conduit and is then dashed by 80 grating edges (made from hard steel) on an roller (15 cm Ø, ca. 700 rpm) driven by an electric motor (1.1 kW). During grinding, the soil passes between the roller and the closed front door. The distance between the roller and the door is adjustable for regulating the size of the ground soil pieces. The ground and homogenised sample is then collected in a box (hidden behind the open door) under the roller. For clearing, the box is pulled out.*





Figur 5. Exempel: Djupfryst jordprov som förvarats i plastpåse. Proverna brukar bestå av ca 10-25 borrstick och väga 1-2 kg eller mer.

*Figure 5. Example: A deep-frozen soil sample stored in a plastic bag. Soil samples taken for mineral nitrogen determination in Sweden normally consist of about 10-25 soil cores with a total weight of about 1-2 kg or more.*



Figur 6a. När ett fryst jordprov tagits ut från frysförvaringen för homogenisering, slås det först i bitar med en hammare för att underlätta malningen i fryskvarnen.

*Figure 6a. When a frozen soil sample has been taken out of the freezer for homogenisation it is crushed with a hammer in order to facilitate grinding in frozen state in the soil mill.*





Figur 6b. Om de djupfrysta jordproverna är mycket hårda, kan en tryckluftshammare användas för att grovt krossa jorden före frysmalningen.

*Figure 6b. If the frozen soil samples are very hard, a pneumatic hammer may be used to dash the soil roughly before grinding.*



Figur 7. Fruset jordprov som krossats i mindre stycken med en hammare.

*Figure 7. Frozen soil sample dashed to smaller pieces with a hammer.*



Figur 8. Med en kolv av trä pressas den frysta jorden ned mot ett "rivhjul" (vals) i den vertikala trumman, där jorden mals till mindre fragment.

*Figure 8. By means of a wooden piston, the frozen soil is pressed down to a roller with grating edges in the vertical conduit, where the soil is ground to small pieces.*



Figur 9. Kolven har här helt tryckts ned i trumman, varvid jorden mals under passagen mellan rivhjulet (valsens) och den stängda luckan på trummans framsida. Den frysmalda jorden faller ned och samlas upp i en plastpåse i en behållare under trumman.

*Figure 9. The piston is here pressed down completely so that the soil can be ground during the passage between the grating roller and the closed door at the front of the conduit. The ground frozen soil is then collected in a plastic bag in a box under the conduit.*



Figur 10. Exempel: Frysmalt prov bestående av jordfragment med 5-10 mm diameter och mindre. Djupfrysning skapar sprickstrukturer i lerjord och leriga jordar. Aggregat som härvid bildats tycks i stort sett inte malas sönder av kvarnen. Efter frysmalningen läggs den fortsatt frusna jorden tillbaka i ett frysutrymme för förvaring fram till invägning och extraktion av ett delprov.

*Figure 10. Example: A soil sample ground in frozen state, consisting of soil pieces with a diameter of 5-10 mm and smaller. Deep-freezing gives rise to crack structures in clayey soils. Aggregates formed hereby do not seem to be dashed by the mill to any larger extent. After grinding, the still frozen soil is put back into a freezer for storage until weighing and extraction of a subsample.*



Figur 11. Roterande jordblandare (modifierad, liggande hushållsassistent) för kompletterande blandning av prov efter frysmalning

*Figure 11. A rotating device for complementary mixing of frozen soil samples after grinding.*





Figur 12. Avståndet mellan rivhjulet och luckan får inte vara för smalt. I den ursprungliga kvarnen uppstod det därför kilformiga rester av en del av jordprovet, vilka blev kvar ovanför passagen och började tina av friktionsvärme, så att det blev kladdigt i kvarnen. När avståndet mellan rivhjulet och den stängda luckan är väl avvägt, sker malningen så snabbt att friktionsvärme inte kan tina upp delar av provet, men lite jord kan ändå fastna på luckan. Här rensas luckan från jord som fastnat för att undvika kontaminering av efterföljande jordprov.

*Figure 12: The distance between the grating roller and the door must not be too narrow. In the original mill, wedge-like residues could therefore arise from parts of the soil sample. They remained above the narrow passage and started thawing due to frictional heat, making the interior of the mill smeary. When the distance between the grating roller and the closed door is optimally adjusted, grinding is carried out so quickly that frictional heat cannot thaw any part of the sample, but nevertheless some soil may stick at the door. Here the door is cleaned from adhered soil to avoid contamination of the subsequent soil sample.*

I denna serie publiceras forsknings- och försöksresultat från institutionen för mark och miljö vid Sveriges lantbruksuniversitet.

*In this series research results from the department of Soil and Environment at the Swedish University of Agricultural Sciences are reported.*

Sveriges lantbruksuniversitet  
**Institutionen för mark och miljö**

Swedish University of Agricultural Sciences  
**Department of Soil and Environment**

Box 7014  
SE-750 07 Uppsala  
<http://www.slu.se/mark>