



Bodem – Bepaling van de fosfaatverzadigingsgraad



1 PRINCIPE

In zure grond reageren fosfaationen met ijzer- en aluminiumionen tot slecht oplosbare verbindingen. De hoeveelheid fosfaat die zo kan worden vastgelegd, is afhankelijk van de hoeveelheid en van de vorm waarin ijzer- en aluminiumionen in de grond voorkomen. De 'actieve' vormen (de vormen die het P_{ox} binden) in zure zandgronden zijn de amorfe en microkristallijne vormen van ijzer en aluminium en de ionen van ijzer en aluminium gebonden aan organische stof. Extractie van de grond met ammoniumoxalaat en oxaalzuur maakt het mogelijk de 'actieve' vormen van ijzer (Fe_{ox}) en aluminium (Al_{ox}) afzonderlijk te bepalen.

De fosfaatverzadigingsgraad wordt uitgedrukt als het procentueel aandeel van de hoeveelheid oxalaat extraheerbaar fosfaat in een bodem ten opzichte van het fosfaatbindend vermogen.

$$FVG = \frac{P_{ox}}{FBV} \times 100 \quad (\%)$$

met FVG fosfaatverzadigingsgraad
FBV fosfaatbindend vermogen
 P_{ox} oxalaat extraheerbaar fosfaat

Het oxalaat extraheerbaar fosfaat wordt bepaald door een hoeveelheid grond te extraheren met een oplossing van oxaalzuur en ammoniumoxalaat. Na filtratie wordt in het filtraat de hoeveelheid fosfaat bepaald. Het fosfaatbindend vermogen wordt bepaald door een extractie van de grond met oxaalzuur en ammoniumoxalaat en dan de 'actieve' vormen van ijzer en aluminium afzonderlijk te bepalen.

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de bodem gebeurt in lagen van 30 cm. De bepaling van het fosfaatbindend vermogen en het oxalaat extraheerbaar fosfaat gebeurt in iedere laag afzonderlijk. Uiteindelijk wordt uit de resultaten van de verschillende lagen de profielgemiddelde fosfaatverzadigingsgraad bepaald.

Voor de uitvoering van de bemonstering wordt verwezen BAM/deel 1/01.
De voorbehandeling gebeurt volgens BAM/deel 1/02.

3 EXTRACTIE

De extractie wordt in een donker recipiënt uitgevoerd.

- weeg nauwkeurig 5.00 g luchtdroge grond (< 2 mm) af in een donker polyethyleenflesje;
- voeg 100 ml extractievloeistof (17.56 g oxaalzuur en 28.40 g ammoniumoxalaat oplossen in 1 l ultra puur water) toe;
- schud gedurende 2 uur afgeschermd van licht op een schudtoestel bij 20°C;
- filtreer daarna het extract over een asvrije filter;
- voer de analyse uit op het filtraat.

4 BEPALING VAN HET OXALAAT-EXTRAHEERBARE FOSFAATGEHALTE (POX) VAN EEN ZURE ZANDGROND

4.1 Principe

De hoeveelheid fosfaat in het extract wordt na destructie (punt 4.2) colorimetrisch bepaald volgens de methode van Scheel of met ICP-AES (NBN EN ISO 11885:2009)¹.

De colorimetrische bepaling steunt op de vorming van een blauw gekleurd fosformolybdeencomplex binnen een bepaald pH gebied. De intensiteit van de blauwe kleur is evenredig met de concentratie fosfaat in oplossing. De blauwkleuring wordt evenwel verhinderd door de aanwezigheid van oxaalzuur. Dat oxaalzuur moet vooraf afgebroken worden door een destructie. Hierbij wordt het oxalaat door oxidatie met geconcentreerd H_2SO_4 en H_2O_2 omgezet in CO_2 .

4.2 Destructie van oxalaat in het extract

- Aan 10 ml extract in een 100 ml maatbekertje wordt 1 ml geconcentreerd H_2SO_4 (minimaal 95%) toegevoegd.
- Op de verwarmingsplaat worden de bekertjes verwarmd tot het oxaalzuur volledig is afgebroken (de vloeistof is uitgebruist en er verschijnen witte dampen).
- Na afkoelen wordt 2 ml H_2O_2 (minimaal 27 %) (Perhydrol, themostabiel H_2O_2) toegevoegd en opnieuw opgekookt. Bij eventuele neerslagvorming moet nog eventjes opgekookt worden met ultra puur water.
- Na afkoeling wordt het destruaat kwantitatief overgebracht in kolfjes van 50 ml en aangengeld met ultra puur water tot de maatstreep.

4.3 Reagentia

4.3.1 Scheel 1

1 g 4-methylaminofenolsulfaat ($(CH_3NHC_6H_4OH)_2.H_2SO_4$), 5 g watervrij natriumsulfiet (Na_2SO_3), 75 g natriumdisulfiet ($Na_2S_2O_5$) en 200 mg laurylsulfaat oplossen, aanlengen met ultra puur water tot 1 l en homogeniseren.

4.3.2 Scheel 2

50 g ammoniummolybdaat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$) oplossen in ongeveer 250 ml H_2O , 140 ml geconcentreerd H_2SO_4 toevoegen, afkoelen, aanlengen met ultra puur water tot 1 l en homogeniseren.

4.3.3 Scheel 3

340 g natriumacetaat ($CH_3COONa.3H_2O$) oplossen en aanlengen met ultra puur water tot 1 l.

4.3.4 Bereid een standaardoplossing van 25 mg P/l

4.4 Werkwijze

- Voor de standaarden wordt 0, 1, 2, 3, 4, 5 en 6 ml van 25 mg P/l stockoplossing gepipetteerd in een kolf van 50 ml. Dit komt overeen met een concentratie van 0; 0.5; 1; 1.5; 2; 2.5 en 3 mg P/l

¹ NBN EN ISO 11885:2009: Waterkwaliteit - Bepaling van geselecteerde elementen met optische emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

- b. De hoeveelheid destruaat moet worden gevarieerd in functie van de concentratie. Breng die hoeveelheid in een kolf van 50 ml.
- c. Voeg 5 ml van Scheel 1 (4.3.1) toe, schud; voeg 5 ml van Scheel 2 (4.3.2) toe en schud.
- d. Voeg na 15 minuten 10 ml van Scheel 3 (4.3.3) toe en leng de maatkolffjes van 50 ml aan met ultra puur water tot aan de maatstreep.
- e. Homogeniseer en laat 15 minuten rusten
- f. Meet de absorbantie bij 662 nm.

4.5 Berekening

Met een ijklijn verkrijgt men de fosfaatconcentratie (uitgedrukt als fosfor) in de kolf van 50 ml. Om die om te rekenen naar de concentratie in het destruaat (C_1) moet men rekening houden met de gebruikte verdunning (50/volume genomen voor fotometrische bepaling). Deze concentratie moet verder worden omgerekend van mg P/l naar mmol P/kg luchtdroge bodem. Dit gebeurt volgens:

$$P_{\text{ox}} = C_1 \times 0.1 \times 5 \frac{1000}{30.97 \times m} = \frac{C_1}{m} \times 16.14 \quad (\text{mmol P/kg luchtdroge bodem})$$

met

- P_{ox} extraheerbare fosforconcentratie in bodem in mmol P/kg bodem, afgerond op een decimaal
- C_1 fosforconcentratie in het onverdunde destruaat in mg P/l
- 0.1 volume extract in l
- 5 verdunningsfaktor toegepast bij destructie van oxalaat (50/10)
- 30.97 atoommassa van fosfor in g/mol
- m gewicht grond genomen voor extractie in g (normaal 5.00 g)

5 BEPALING VAN HET FOSFAATBINDEND VERMOGEN (FBV)

Daartoe moeten de ijzer- en aluminiumconcentratie in het extract bepaald worden. De bepaling van ijzer en aluminium gebeurt met behulp van een atoom absorptie spectrofotometer (AAS). Deze bepaling gebeurt rechtstreeks op het extract, na de juiste verdunning met ultra puur water of met ICP-AES na destructie van het oxalaat in het extract volgens (punt 4.2). (NBN EN ISO 11885:2009).

5.1 Ijzerbepaling

Een verdunning van 3 ml extract (zie punt 3) naar 50 ml wordt uitgevoerd bij gebruik van standaarden van 2.5 en 5 ppm voor het opstellen van de ijkrechte. Indien tijdens de bepaling de concentratie te hoog of te laag blijkt wordt de verdunning van het monster aangepast.

5.2 Aluminiumbepaling

Een verdunning van 5 ml extract (zie punt 3) naar 25 ml met ultra puur water wordt uitgevoerd. Voor het opstellen van de ijkrechte wordt gebruik gemaakt van de standaarden 10, 25 en 50 ppm. Indien de concentratie aan Al in het monster te hoog of te laag blijkt, wordt de verdunning aangepast.

5.3 Berekeningen

$$Fe_{ox} = \frac{C_{I,Fe}}{m} \times 1.79 \quad (\text{mmol Fe/kg luchtdroge bodem})$$

met

Fe_{ox} geëxtraheerde ijzerconcentratie in bodem in mmol Fe/kg bodem, afgerond op het gehele getal

$C_{I,Fe}$ ijzerconcentratie in het onverdunde extract in mg Fe/l

m gewicht bodem in bewerking genomen voor de extractie in g (normaal 5.00 g)

$$Al_{ox} = \frac{C_{I,Al}}{m} \times 3.71 \quad (\text{mmol Al/kg luchtdroge bodem})$$

met

Al_{ox} geëxtraheerde aluminiumconcentratie in bodem in mmol Al/kg bodem, afgerond op het gehele getal

$C_{I,Al}$ aluminiumconcentratie in het onverdunde extract in mg Al/l

m gewicht bodem in bewerking genomen voor de extractie in g (normaal 5.00 g)

$$FBV = 0.5 \times (Fe_{ox} + Al_{ox}) \quad (\text{mmol P/kg luchtdroge bodem})$$

met

0.5 evenredigheidsfactor die experimenteel bepaald werd

Fe_{ox} oxalaat extraheerbaar ijzer (mmol per kg luchtdroge grond)

Al_{ox} oxalaat extraheerbaar aluminium (mmol per kg luchtdroge grond)

6 BEPALING VAN DE FOSFAATVERZADIGINGSGRAAD (FVG)

Om de fosfaatverzadigingsgraad van de bodem te bepalen worden het FBV en het oxalaat extraheerbaar fosfaat in de 3 lagen afzonderlijk bepaald. De gemiddelde waarden van FBV en P_{ox} worden berekend over het profiel en daaruit wordt de profielgemiddelde FVG berekend.

6.1 Bepaling van de gemiddelde FBV en P_{ox}

6.1.1 Indien over de hele diepte (tot 90 cm in 3 lagen) bemonsterd is:

$$FBV = \frac{FBV_1 + FBV_2 + FBV_3}{3}$$

$$P_{ox} = \frac{P_{ox,1} + P_{ox,2} + P_{ox,3}}{3}$$

6.1.2 Indien bemonsterd is tot een diepte tussen 0 en 30 cm (1e laag onvolledig bemonsterd):

$$FBV = FBV_1 \quad \text{en} \quad P_{ox} = P_{ox,1}$$

6.1.3 Indien bemonsterd is tot een diepte tussen 30 en 60 cm (2e laag onvolledig bemonsterd):

$$FBV = \frac{(FBV_1 \times 30) + (FBV_2 \times (\text{bemonsteringsdiepte} - 30))}{\text{bemonsteringsdiepte}}$$

$$P_{ox} = \frac{(P_{ox,1} \times 30) + (P_{ox,2} \times (\text{bemonsteringsdiepte} - 30))}{\text{bemonsteringsdiepte}}$$

6.1.4 Indien bemonsterd is tot een diepte tussen 60 en 90 cm (3e laag onvolledig bemonsterd):

$$FBV = \frac{(FBV_1 \times 30) + (FBV_2 \times 30) + (FBV_3 \times (\text{bemonsteringsdiepte} - 60))}{\text{bemonsteringsdiepte}}$$

$$P_{ox} = \frac{(P_{ox,1} \times 30) + (P_{ox,2} \times 30) + (P_{ox,3} \times (\text{bemonsteringsdiepte} - 60))}{\text{bemonsteringsdiepte}}$$

6.2 Berekening van de profielgemiddelde fosfaatverzadigingsgraad

6.2.1 Algemeen

De profielgemiddelde fosfaatverzadigingsgraad wordt berekend volgens:

$$FVG = \frac{P_{ox}}{FBV} \times 100 \quad (\%)$$

met

FVG fosfaatverzadigingsgraad in %, in gehele getallen

P_{ox} de profielgemiddelde waarde van het oxalaat extraheerbare fosfor.

FBV de profielgemiddelde waarde van het fosfaat bindend vermogen

6.2.2 Opmerkingen

- Indien niet over de volledige diepte van het profiel bemonsterd is, moet dat worden vermeld op het analyseverslag samen met de bemonsteringsdiepte. In de formule moet dan met een aangepaste diepte gewerkt worden.
- Informatie over de bemonsteringsdiepte moet deel uitmaken van de monsteridentificatie. Die gegevens moeten beschikbaar en gemakkelijk opvraagbaar zijn bij de berekening van de resultaten.

- c. Informatie betreffende de hoogte van de waterstand moet opgenomen worden in het analyseverslag. Deze informatie heeft geen invloed op de berekeningen of analyses maar is van belang bij de interpretatie.