

Bodem – Bepaling van nitraatstikstof

1 PRINCIPE

Voor de bepaling van nitraatstikstof in de bodem moet er een extractie worden uitgevoerd met kaliumchloride (KCl). Aangezien bij het drogen van bodemonsters fouten kunnen optreden door omzettingen, moet die extractie gebeuren op het veldvochtige monster. De extractieprocedure is analoog aan die, beschreven in ISO 14256. De bepaling van de nitraatstikstof concentratie in het extract gebeurt spectrofotometrisch (hetzij manueel of geautomatiseerd). De concentraties worden omgerekend naar droge stof. Hiertoe wordt het vochtgehalte in het bodemonster bepaald zoals beschreven in BAM/deel 1/03.

Met die methode moet het mogelijk zijn om een hoeveelheid van 90 kg NO_3^- -N/ha te bepalen. Voor een bemonsteringsdiepte van 90 cm en een dichtheid van de bodem van 1450 kg/m³ komt dat overeen met 1.4 mg N/l in het extract. De spectrofotometrische bepalingmethode moet dus gevoelig genoeg zijn om lage concentraties nauwkeurig te meten.

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de bodem gebeurt in lagen van 30 cm. De bepaling van nitraatstikstof gebeurt in iedere laag afzonderlijk. Uiteindelijk worden in voorkomend geval de resultaten van de verschillende lagen gecombineerd tot een totale hoeveelheid over de volledige bemonsterde diepte.

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

3 EXTRACTIEPROCEDURE

3.1 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 3.1.1 Lineair schudtoestel of overkopmenger
- 3.1.2 Balans met een nauwkeurigheid van 10 mg.

3.2 REAGENTIA

- 3.2.1 Kaliumchloride-oplossing, 1 mol/l: 74.6 g/l KCl in water

3.3 WERKWIJZE VOOR VELDVOCHTIGE BODEM

- a. Weeg 40 g veldvochtig gehomogeniseerd monster af tot op 0.1 g nauwkeurig in een recipiënt: m
- b. Voeg 200 ml KCl oplossing toe
- c. Schudden gedurende 1h bij constante temperatuur ($20 \pm 2^\circ\text{C}$)
- d. Het extract wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter voor met KCl oplossing alvorens het extract te filtreren. Vang het overige filtraat op in een droog recipiënt.

4 BEPALING VAN NITRAATSTIKSTOF IN EXTRACTEN

Na extractie met KCl moeten de relevante stikstof fracties onmiddellijk bepaald worden, of ten laatste 1 dag na de extractie. Als dat niet mogelijk is, kunnen de extracten bewaard worden in de koelkast bij temperaturen lager dan 4°C voor maximum 1 week of, indien nodig, ingevroren worden bij minstens – 18°C.

De volgende spectrofotometrische analysemethoden kunnen toegepast worden voor de bepaling van nitraat in bodem:

- ISO/TS 14256-1:2003 Soil quality - Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution - Part 1: Manual method.
- ISO 14256-2:2005 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.
- NBN EN ISO 13395:1996 Waterkwaliteit - Bepaling van nitrietstikstof en van nitraatstikstof en van de som van beide door stroomanalyse (CFA en FIA) en spectrometrische detectie.
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection

Opmerking: bij zwaar belaste matrices dient de nodige aandacht besteed te worden aan de analyse om interferentievrij te meten

~~e. NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie.~~

Voor de uitvoering van de analyse wordt verwezen naar bovenstaande normmethoden.

5 BEREKENINGSWIJZE VOOR VELDVOCHTIGE BODEM

De verkregen nitraatstikstof concentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_N (mg N/kg) in droog monster met de volgende formule:

$$C_N = C_1 \times \left[\frac{V_{ext}}{m} \times \left(1 + \frac{w_{H_2O} \text{ in veldvochtige bodem}}{100} \right) + \frac{w_{H_2O} \text{ in veldvochtige bodem}}{100} \right]$$

met

C_N nitraatstikstof concentratie in droog monster in mg N/kg

C_1 nitraatstikstof concentratie in het extract na blanco correctie in mg N/l

V_{ext} volume extractievloeistof in ml (normaal 200 ml)

m gewicht van het veldvochtige monster dat in bewerking werd genomen voor de extractie in g (normaal 40 g)

w_{H_2O} in veldvochtige bodem vochtgehalte van de veldvochtige bodem bepaald volgens BAM/deel 1/03

6 RAPPORTAGEGRENSEN

De rapportagegrens is ≤ 3 kg NO₃-N/ha per bodemlaag.

Bij berekening van het nitraatstikstof residu over het profiel, wordt een meetwaarde < rapportagegrens gelijkgesteld aan de rapportagegrens.

7 BEPALING VAN HET NITRAATSTIKSTOF RESIDU OVER HET PROFIEL

7.1 ALGEMEEN

De bepaling van de nitraatstikstof concentratie C_N gebeurt voor iedere bodemlaag afzonderlijk. Met behulp van de bodemdichtheid, bepaald volgens BAM/deel 1/09, wordt dat resultaat verder omgerekend. De dichtheid varieert naargelang het bodemtype en de bodemlaag (zie BAM/deel 1/09). Deze berekening moet dus gebeuren voor iedere bodemlaag afzonderlijk volgens:

$$C_i = \frac{C_{N,i} \times \rho_i \times D_i}{100}$$

met

- C_i nitraatstikstof gehalte in bodemlaag i in kg NO₃-N/ha, afgerond tot op het **dichtstbijzijnde** gehele getal
- $C_{N,i}$ nitraatstikstof concentratie in bodemlaag i in mg N/kg droge bodem
- ρ_i dichtheid van bodemlaag i in kg/m³
- D_i hoogte van bodemlaag i in meter (normaal 0.3 m); bij afwijkende hoogte moet hier de juiste hoogte van de betreffende laag gebruikt worden.

Uiteindelijk worden de resultaten gecombineerd tot een totaalvrucht over het bemonsterd profiel:

$$C_D = C_1 + C_2 + C_3$$

met

- C_D totaalvrucht nitraatstikstof tot een diepte D in kg NO₃-N /ha, afgerond tot op het gehele getal

7.2 OPMERKINGEN

- a. Van elk perceel waarop een nitraatresidumeting moet gebeuren, wordt één gemeten nitraatresiduwaarde weerhouden. Als meerdere subpercelen worden geanalyseerd, wordt het nitraatresidu van het perceel als volgt berekend:
 - Per bodemlaag wordt het gemiddelde berekend uit de afzonderlijke nitraatresidu meetresultaten van de subpercelen.
 - Deze resultaten worden gecombineerd tot een totaalvrucht over het bemonsterd profiel van 90 cm: $C_D = C_1 + C_2 + C_3$

Indien niet over het volledige diepte van het profiel (tot 90 cm) kon bemonsterd worden, wordt er geen gemiddelde berekend.
- b. Als in het kader van een nitraatresidu bepaling in de periode van 1 oktober tot 15 november niet over de volledige diepte van het profiel (tot 90 cm) bemonsterd kon worden, **moet dat worden vermeld op het analyseverslag samen met de effectieve bemonsteringsdiepte.**

1. op het analyseverslag wordt ~~per laag~~ vermeld tot op welke diepte (D_i) bemonsterd kon worden en wordt de verkregen waarde in kg $\text{NO}_3\text{-N/ha}$ voor de effectieve bemonsteringsdiepte per laag (C_i) als dusdanig gerapporteerd.
2. ~~de totaalvracht (C_D) wordt berekend over de effectief bemonsterde diepte (D). Op het analyserapport wordt expliciet vermeld dat dit slechts de totaalvracht nitraatstikstof is tot op de effectief bemonsterde diepte, samen met die diepte.~~
3. ~~enkel wanneer de laag 60-90 cm niet tot de volledige diepte bemonsterd kon worden, wordt de totaalvracht over de volledige diepte van 90 cm berekend door het verkregen resultaat over de effectief bemonsterde diepte (C_D) lineair te extrapoleren over de volledige diepte tot 90 cm volgens:~~

$$\cancel{C_{90} = \frac{C_D}{D} \times 90}$$

~~D totale bemonsteringsdiepte in cm~~

~~C_{90} totaalvracht tot een diepte van 90 cm in kg $\text{NO}_3\text{-N/ha}$~~

- b. ~~Op het analyseverslag wordt bij de totaalvracht enkel de volledig bemonsterde lagen vermeld.~~
- c. Informatie over de bemonsteringsdiepte moet deel uitmaken van de monster identificatie. Deze gegevens moeten beschikbaar en gemakkelijk opvraagbaar zijn bij de berekening van de resultaten.
- d. 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.

8 REFERENTIES

- a. ISO/TS 14256-1:2003 Soil quality - Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution - Part 1: Manual method
- b. ISO 14256-2:2005 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.
- c. ~~NBN EN ISO 11732:2005 Water quality — Determination of ammonium nitrogen — Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection.~~
- d. ~~ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection~~
- e. ~~NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie.~~