

Bodem – Bepaling van fosfaat in grond extraheerbaar met een ammoniumlactaat- azijnzuurbuffer (P-AL)

1 PRINCIPE

Deze norm beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan plantbeschikbare P in grond, extraheerbaar met een op pH = 3.75 gebufferde oplossing van ammoniumlactaat-azijnzuur. Deze methode kan worden toegepast op voorgedroogde grondmonsters, gezeefd over een zeef van 2 mm.

De voorgedroogde grondmonsters worden geëxtraheerd in een verhouding 1:20 (massa/volume) met een oplossing van ammoniumlactaat-azijnzuurbuffer met een pH van 3.75. Met die extractievloeistof worden de aanwezige calciumfosfaatverbindingen en een deel van de aanwezige ijzer- en aluminiumverbindingen geëxtraheerd. Een gedeelte van het heldere filtraat wordt geanalyseerd op fosfaat volgens bestaande analysemethoden.

~~Opmerking: De methode is niet geschikt voor grondmonsters met een pH-KCl > 7.~~

Voorafgaandelijk aan deze meting wordt de pH-waarde bepaald en gerapporteerd. De methode is niet geschikt voor grondmonsters met een pH-KCl > 7.

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de bodem voor de bepaling van de plantbeschikbare P wordt uitgevoerd volgens BAM/deel 1/01.

De voorbehandeling gebeurt volgens BAM/deel 1/02.

3 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

3.1 REAGENTIA

- 3.1.1 Water, gebruik voor alle oplossingen water volgens NEN-EN-ISO 3696.
- 3.1.2 Natriumhydroxideoplossing, $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/l}$.
- 3.1.3 Zoutzuuroplossing, $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/l}$.
- 3.1.4 Fenolphtaleïne-indicatoroplossing, verkregen door 1 g fenolphtaleïne op te lossen in 100 ml zuivere ethanol (circa 96 %).
- 3.1.5 Methylroodindicatoroplossing, verkregen door 0.1 g methylrood op te lossen in 100 ml ethanol (circa 60 %).
- 3.1.6 Melkzuur ($\rho = 1.21 \text{ g/cm}^3$)
- 3.1.7 Opmerking: De oplossing is 5 jaar houdbaar.

3.2 OPLOSSINGEN

- 3.2.1 Melkzuuroplossing (circa 3 mol/l).
Verkregen door 500 ml melkzuur te verdunnen met 1 l water in een pyrexflask, en waarmee de volgende handelingen zijn uitgevoerd. Dek de fles af met een horlogeglas en plaats ze gedurende 48 h in een stoof bij een temperatuur van 95°C om het melkzuur te laten hydrolyseren. Laat afkoelen.

Bepaal de concentratie van de oplossing als volgt. Pipetteer 10.0 ml van de oplossing in een maatkolf van 100 ml en vul aan met water. Homogeniseer en pipetteer van die verdunde oplossing 10.0 ml en titreer ze met een 0.1 mol/l NaOH-oplossing met fenolphthaleïne als indicator. Bereken de concentratie (= A) van de melkzuuroplossing.

3.2.2 Geconcentreerd azijnzuur (circa 16 mol/l).

Bepaal de exacte concentratie daarvan als volgt. Pipetteer met een pipet 10.0 ml azijnzuur in een maatkolf van 500 ml waarin al 400 ml water zit. Vul aan met water en homogeniseer. Pipetteer 10,0 ml van die verdunde oplossing en titreer ze met een 0.1 mol/l NaOH-oplossing met methylrood als indicator. Bereken de exacte concentratie (= B) van het geconcentreerde azijnzuur.

3.2.3 Geconcentreerde ammonia (circa 13 mol/l).

Bepaal de exacte concentratie daarvan als volgt. Pipetteer met een pipet 10.0 ml ammonia in een maatkolf van 500 ml waarin al 400 ml water zit. Vul aan met water en homogeniseer. Pipetteer 10.0 ml van die verdunde oplossing en titreer ze met een 0.1 mol/l HCl-oplossing met methylrood als indicator. Bereken de exacte concentratie (= C) van de geconcentreerde ammonia.

Opmerking: De gestelde waarde van oplossingen 3.2.1 t.e.m. 3.2.3 zijn 1 dag geldig. Als oplossing 3.2.4 wordt gemaakt uit niet-verse oplossingen moeten die oplossingen opnieuw worden gesteld.

3.2.4 Geconcentreerde extractieoplossing.

Neem een 1 l-maatkolf die al 300 ml water bevat en voeg daaraan toe: 1000/A ml van de melkzuuroplossing, 4000/B ml geconcentreerd azijnzuur en 1000/C ml geconcentreerde ammonia, meng na elke toevoeging. Laat afkoelen en vul aan met water en homogeniseer.

Opmerking: De oplossing is 1 jaar houdbaar.

3.2.5 Verdunde extractieoplossing.

Verdun 500 ml van de geconcentreerde extractieoplossing (3.2.4) tot 5 l met water. De pH van de oplossing moet zijn: 3.75 ± 0.05 .

Opmerking: Deze oplossing is 5 dagen houdbaar.

4 APPARATUUR

- 4.1 Gebruikelijk laboratoriumglaswerk.
- 4.2 Schudflessen van 100 ml met wijde opening.
- 4.3 Schudmachine (180 slagen per minuut).
- 4.4 Hardpapier filters die fosfaatvrij zijn en geen fosfaat adsorberen.
- 4.5 pH-meter

5 PROCEDURE

Weeg $2.5 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$ voorgedroogd grondmonster af in een schudfles en voeg 50 ml verdunde extractieoplossing (3.2.5) toe. Neem twee blanco monsters mee. Schud gedurende 4 h bij een temperatuur van $20 \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Filtreer de suspensies en blanco monsters. Controleer de filtraten op helderheid. Filtreer zo nodig een tweede maal.

6 ANALYSE

Bepaal binnen 24 uur na extractie, zo nodig in een verdunning, de P-concentratie van de filtraten volgens een geschikte analysemethode:

- a. **NBN EN ISO 15681-1: 2005** Water quality – Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) – Part 1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-1: 2003)
- b. **NBN EN ISO 15681-2: 2019** Water quality – Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) – Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO 15681-2: 2018)
- c. **NBN EN ISO 6878: 2004** Water quality – Determination of phosphorus – Ammonium molybdate spectrometric method (ISO 6878: 2004)
- d. **NBN EN ISO 15923-1:2024** Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection (ISO 15923-1:2013)
~~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~~
- e. Colorimetrische methode van Scheel
- f. **NBN EN ISO 11885: 2009** Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

Opmerking: Standaardreeks behoort in hetzelfde medium (3.2.5) als de grondextracten te worden gemaakt.

7 BEREKENING

Het gehalte aan extraheerbaar fosfaat volgens de P-AL-methode wordt uitgedrukt in mg P per 100 g luchtdroge grond, en wordt berekend met de volgende formule:

$$P-AL = \frac{(a-b) \times f}{m} \times 5$$

waarin:

P – AL	is het gehalte aan extraheerbaar fosfaat in grondmonsters, in mg P per 100 g luchtdroge grond;
a	is de concentratie fosfaat in het grondextract, in mg/l P;
b	is de gemiddelde concentratie fosfaat in de blancomonsters, in mg/l P;
m	is de massa van het ingewogen luchtdroog grondmonster in g;
f	is verdunningsfactor.

Opmerking: 1 mg P per kg = 0.229 mg P₂O₅ per 100 g

8 REFERENTIES

- H. Egner, H. Riehm en W.R. Domingo, Untersuchungen über die chemische Bodenanalyse als Grundlage für die Beurteilung des Nährstoffzustandes der Böden. II Chemische Extraktionsmethoden zur Phosphor- und Kaliumbestimmung, Kungl. Lantbrukshögskolans Ann. 26, 199-215, 1960.
- NEN 5793: 2013** Bodem – Bepaling van fosfaat in grond extraheerbaar met een ammoniumlactaat-azijnzuurbuffer (P-AL).
- 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**