



## **Protocol voor de bemonstering van de bodem ter bepaling van het PAL-getal en het Pw-getal (fosfaattoestand gronden laag, neutraal, hoog; derogatie).**

### **Principe**

De bouwvoor of zode van een perceel landbouwgrond wordt bij voorkeur volgens een gestratificeerde aselecte steekproef bemonsterd met behulp van een speciaal daarvoor opgesteld softwareprogramma dat digitaal te verkrijgen is bij het Ministerie van Landbouw, Natuur en Voedselkwaliteit. Indien gebruik gemaakt wordt van de gestratificeerde aselecte steekproef dient de procedure gevolgd te worden zoals beschreven in bijlage C, onderdeel I, van onderhavige regeling.

Indien geen gebruik gemaakt wordt van de gestratificeerde aselecte steekproef dient de bemonstering van een perceel dan wel perceelsdeel plaats te vinden volgens het onderhavige protocol.

De grond van de verschillende bemonsteringspunten wordt gemengd tot één mengmonster. Het mengmonster wordt vervolgens voorbehandeld en in duplo geanalyseerd op fosfaattoestand volgens de onderdelen II en III van het onderhavige protocol. Het is toegestaan een afwijkende methode voor de bepaling van het PAL-getal (onderdeel II) en voor de bepaling van het Pw-getal (onderdeel III) te hanteren mits die methode ten minste dezelfde waarborgen omvat ten aanzien van betrouwbaarheid en nauwkeurigheid. Het gemiddelde van de duplo-bepalingen is de uitslag van de test. Een heranalyse van het genomen bodemmonster is niet mogelijk. Voor een nieuwe analyse dienen nieuwe monsters te worden gestoken om het mengmonster te verkrijgen.

### **Onderdeel I Protocol voor bemonstering van een perceel bouwland of grasland**

#### **1. Bemonstering van een perceel landbouwgrond**

Voor de bemonstering van een perceel, bedoeld in artikel 1, onderdeel b, van het Uitvoeringsbesluit Meststoffenwet, hanteert het uitvoerende laboratorium het eigen, onder de accreditatie vallende, protocol. Dit kan een bemonsteringsprotocol zijn gebaseerd op de W-methode, zig-zag-methode of kruislingse bemonstering.

Uit een perceel dan wel een perceelsdeel met een maximale omvang van vijf hectare wordt één representatief mengmonster samengesteld. Aan elkaar grenzende percelen mogen worden samengevoegd tot een totale omvang van ten hoogste vijf hectare, waarbij de omvang van de individuele percelen die worden samengevoegd niet groter is dan 2,5 hectare. Indien een perceel groter is dan 5 hectare dienen er meerdere representatieve mengmonsters samengesteld te worden ter vaststelling van de fosfaattoestand van dat perceel. De fosfaattoestand wordt dan bepaald door het gewogen gemiddelde te berekenen van de analyseresultaten van de individuele mengmonsters.

Markeer de vormbepalende hoekpunten van het perceel en leg met een Global Positioning System (GPS) de omvang en vorm van dit perceel dan wel perceelsdeel vast. Bij niet rechthoekige percelen dan wel perceelsdelen worden zoveel extra punten meegenomen dat de contouren ervan vastgelegd zijn. De afwijking van de GPS mag niet groter zijn dan 5 meter. De bemestingsvrije zones worden bij deze bepaling buiten beschouwing gelaten. Indien het perceel dan wel perceelsdeel verdeeld is onder meerdere gebruikers, dan wordt alleen het deel van het perceel dat in gebruik is door de aanvrager geregistreerd en bemonsterd. Het mengmonster wordt samengesteld uit een minimum van 40 deelmonsters die gestoken worden uit het gehele perceel dan wel perceelsdeel. Op elk bemonsteringspunt wordt grond bemonsterd van de voorgeschreven bodemlaag. De hoeveelheid (volume) gestoken grond is gelijk voor alle bemonsteringspunten. Bemonstering van het betreffende perceel dan wel perceelsdeel vindt minimaal twee maanden na bekalking plaats.

Selecteer een geschikte boor (steekguts of edelmanboor<sup>1</sup>) om de grondmonsternamen mee uit te voeren. De te gebruiken boor is grondig gereinigd alvorens deze wordt gebruikt. Er zijn geen grondresten van een ander perceel aanwezig.

Bemonster met een geschikte boor grond tot 10 centimeter diepte op zowel grasland als bouwland. Op bouwland mag ook een bemonsteringsdiepte van 25 centimeter worden aangehouden. Tot de aangegeven diepte dient de boor volledig met grond gevuld te zijn. Bij bemonstering worden meststofresten vermeden.

Trek de boor met grond uit de bodem en breng met behulp van de bijbehorende duimspatel de grond over in een stevige plastic zak of papieren zak met polyethyleenbekleding. Verzamel op deze wijze grond op alle bemonsteringspunten en breng dit samen in een zak. De boorumvang is zo groot dat het mengmonster minimaal 0,5 kilogram weegt. Op alle bemonsteringspunten wordt een gelijke hoeveelheid grond verzameld.

Eventueel wordt op een bemonsteringspunt tweemaal een monster gestoken om de minimale hoeveelheid grond te verzamelen, mits dit dan op alle bemonsteringspunten te gebeuren.

Breng het monster over naar het laboratorium voor verdere behandeling. Droog het grondmonster binnen drie dagen. Indien drogen van het mengmonster binnen de genoemde termijn niet mogelijk is wordt het grondmonster in een niet-luchtdicht afgesloten plastic zak bij  $5\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  in het donker bewaard. Het monster mag maximaal drie maanden worden bewaard. Indien het monster niet binnen deze drie maanden wordt geanalyseerd, wordt een nieuw (meng)monster genomen.

## **2. Voorbehandeling van de grondmonsters**

Behandel het grondmonster voor volgens de norm NEN 5709. De voorbehandeling resulteert na drogen bij  $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  en breken van de grond in deeltjes kleiner dan 2 mm ( $D_{95} < 2\text{ mm}$ ). Verdere verkleining van de deeltjesgrootte van 2 mm tot fijnere fracties wordt zoveel mogelijk voorkomen.

## **3. Analyse van grondmonsters**

Het mengmonster wordt volgens de voorgeschreven methoden van grondonderzoek (zie onderdeel II en III) voorbehandeld en in duplo geanalyseerd op fosfaattoestand volgens de werkvoorschriften voor bepaling van het PAL-getal (voor grasland) of het Pw-getal (voor bouwland). Het gemiddelde van de duplo bepalingen is de uitslag van de test. Een heranalyse van het geanalyseerde grondmonster is niet mogelijk. Voor een nieuwe analyse wordt een nieuw grondmonster gestoken. Het genomen grondmonster wordt door het laboratorium minimaal 1 maand na de analyse bewaard.

## **Onderdeel II, werkvoorschriften voor bepaling van het PAL-getal**

### **1. Abstract**

Ter bepaling van een voor het gewas beschikbaar deel van het bodemfosfaat wordt het mengmonster geëxtraheerd met een bufferoplossing van pH (zuurtegraad) van 3,75, die 0,10 N (normaal) is aan ammoniumlactaat en 0,40 N aan azijnzuur. In het extract wordt het fosfaatgehalte fotometrisch bepaald volgens de molybdeenblauw-methode en hieruit wordt het PAL-getal berekend. Het PAL-getal wordt uitgedrukt in milligram  $\text{P}_2\text{O}_5$  per 100 gram grond. Bij de bepaling van het PAL-getal wordt uitgegaan van de analysevoorschriften zoals neergelegd in het boek 'Analysemethoden voor grond, rioolslib, gewas en vloeistof', Vierveijzer, H.C., Lepelaar, A. en Dijkstra, J. Instituut voor Bodemvruchtbaarheid, Haren, 1979, p.19-22.

---

<sup>1</sup> NEN 5741 (2003), Bodem – Boorsystemen en monsternemingstoestellen voor grond, sediment, grondwater, die worden toegepast bij bodemverontreinigingsonderzoek. Nederlands Normalisatie-instituut, Delft.

## 2. Benodigde reagentia

De hieronder beschreven reagentia en oplossingen zijn nodig bij het volgen van de werkwijze zoals omschreven in punt 3 'Werkwijze'. Alle reagentia worden met gedestilleerd water bereid.

2.1 Azijnzuur 100% pro analyse

2.2 Melkzuur, soortelijk gewicht 1,2 gram/centimeter<sup>3</sup>

2.3 Ammonia 25%

2.4 Actieve kool (zie opmerking 5.2)

2.5 Moederoplossing voor extractievloeistof.

Geef eerst het melkzuur een voorbehandeling om de lactiden, die altijd aanwezig zijn, door hydrolyse om te zetten in melkzuur (zie ook opmerking 5.1). Handel daarvoor als volgt: verdun 1 liter melkzuur met een soortelijk gewicht van 1,2 gram/centimeter<sup>3</sup> met 2 liter water. Dek de kolf af met een horlogeglas en zet deze gedurende 48 uur in de stoof bij 95°C. Laat de oplossing daarna aan de lucht afkoelen. Bepaal van dit "verdunde melkzuur" de normaliteit. Pipetteer daarvoor 100 milliliter in een maatkolf van 100 milliliter, en vul aan met water en meng. Titreer hiervan 10 milliliter met 0,1 N NaOH en met phenolphthaleïne (of fenolftaline) als indicator.

Bepaal de normaliteit van het azijnzuur. Pipetteer daarvoor 10 milliliter van de ijsazijn in een maatkolf van 500 milliliter. Vul aan met water en meng. Titreer hiervan 10 milliliter met gestelde 0,1N NaOH.

Stel de gevonden normaliteit van het "verdunde melkzuur" = a.

Stel de gevonden normaliteit van de ijsazijn = b.

Bepaal de normaliteit van de ammonia. Pipetteer daarvoor 10 milliliter van de geconcentreerde ammonia in een maatkolf van 500 milliliter, waarin zich al 400 milliliter water bevindt; vul aan met water tot de maatstreep en meng. Titreer hiervan 10 milliliter met gestelde HCl 0,1N met methyloranje als indicator.

Stel de gevonden normaliteit van de ammonia = c.

Breng voor het bereiden van de moederoplossing de genoemde vloeistoffen respectievelijk 10000/a milliliter "verdund melkzuur", 40000/b milliliter ijsazijn en 10000/c milliliter geconcentreerde ammonia in een fles van 10 liter, waarin zich reeds circa 3 liter water bevindt. Meng, koel af aan de lucht, vul met water aan tot 10 liter en meng weer.

2.6 Extractievloeistof

Verdun 1 liter van de moederoplossing met water tot een volume van 10 liter. Controleer de pH; deze dient 3,75 ( $\pm 0,05$ ) te zijn.

### Oplossingen

De volgende drie oplossingen dienen samengesteld te worden. De oplossingen zijn nodig voor de bepaling van het fosfaatgehalte.

#### Oplossing I.

Los op in een fles van 10 liter, 10 gram metol, 50 gram natriumsulfiet ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) en 1500 gram natriumbisulfiet ( $\text{NaHSO}_3$ ). Vul aan met water tot 10 liter en meng. Gesloten en koel weggezet is deze oplossing lange tijd houdbaar.

#### Oplossing II.

Los 500 gram ammoniummolybdaat op in 4,5 liter heet water. Kook even door. Laat afkoelen. Giet de oplossing onder roeren bij 3,75 - zwavelzuur 10 N. Voer de laatstgenoemde handelwijze niet omgekeerd uit. Vul aan met water tot 10 liter en meng. Filtreer als dit nodig blijkt. Bewaar de oplossing op een koele plaats.

#### Oplossing III.

Los 3900 gram natriumacetaat ( $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) op in water (of 3400 gram watervrij natriumacetaat) vul aan met water tot 10 liter en meng.

2.8 Standaardoplossing.

Los 1,9166 gram dikaliumwaterstoffosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) pro analyse (p.a.) dat boven geconcentreerd zwavelzuur is gedroogd op in water, vul aan tot 1 liter en meng. Conserveer

met een kleine hoeveelheid koolstoftetrachloride (CCl<sub>4</sub>). Van deze oplossing is 1 milliliter = 1 milligram fosfaat (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>).

### 2.9 Verdunde standaardoplossing.

Verdun de standaardoplossing 20 keer. Pipetteer hiervoor 50 milliliter standaardoplossing in een maatkolf van 1 liter. Vul aan met water tot de maatstreep en meng. Conserveer met enkele druppels koolstoftetrachloride (CCl<sub>4</sub>). Van deze oplossing is 1 milliliter = 0,05 milligram P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Bewaar de standaardoplossing in de koelkast.

## 3. Werkwijze

### 3.1 Bereiding van het extract

Breng 2,5 gram droge grond in een erlenmeyer van 200 milliliter, voeg 50 milliliter extractievloeistof en 350 milligram actieve kool toe. Schud dit mengsel 4 uur bij een kamertemperatuur van 18-22°C. Filtreer daarna af met behulp van een vouwfilter mesh 640 met een diameter van ¼ en een doorsnede van 15 centimeter. Het filtraat moet helder en kleurloos zijn.

Voeg anders aan het filtraat opnieuw actieve kool toe, schud even flink en filtreer opnieuw. Handel voor de blanco bepalingen op geheel dezelfde wijze als bij het monsteronderzoek. Vergeet daarbij dus ook niet de toevoeging van de actieve kool.

### 3.2 De bepaling van het fosfaatgehalte

Breng van het filtraat 25 milliliter of meer in een maatkolf van 100 milliliter. Vul aan met water tot een volume van circa 40 milliliter. Voeg van oplossing I 10 milliliter toe, zwenk om, voeg daarna van oplossing II ook 10 milliliter toe.

Zwenk om en voeg na een kwartier wachten 20 milliliter van oplossing III toe.

Neem op deze wijze ook een tweetal standaardbepalingen mee, die 0,5 milligram P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> bevatten. Vul de kolfjes aan met water tot de maatstreep, meng goed en meet in de spectrofotometer de extinctie in een cuvet van 10 millimeter doorsnede, bij een golflengte van 735 nanometer. Stel voor de berekening van het fosfaatgehalte als volgt de ijkfactor vast.

Vul een buret met de verdunde standaardoplossing. Laat hieruit in maatkolfjes van 100 milliliter respectievelijk 0, 2, 4, 6, 8, 10, 20 en 30 milliliter vloeien. Deze reeks bevat dan respectievelijk 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 1,0 en 1,5 milligram P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Vul het volume aan met water tot circa 40 milliliter. Voeg vervolgens 10 milliliter toe van oplossing I, zwenk om, voeg daarna 10 milliliter van oplossing II toe, zwenk weer om en voeg na 20 minuten wachten 20 milliliter van oplossing III toe. Zwenk om, vul aan met water tot de maatstreep en meng. Meet de extinctie in een cuvet van 10 millimeter in de spectrofotometer bij een golflengte van 735 nanometer. Bereken de ijkfactor door de som van de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dosering van de reeks 4,0 milligram P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> te delen door de som van de netto-extincties (dit zijn de extincties die verminderd zijn met de extinctie van de 0-proef van de reeks). De waarde van de ijkfactor bedraagt ongeveer 1,90.

De bepaling van het fosforgehalte in het waterig extract kan ook uitgevoerd worden door middel van een spectrofotometrische bepaling in een doorstroomanalysestelsel bij toepassing van een identieke molybdeenblauwkleuring

## 4. Berekening

Als E<sub>a</sub> de extinctie is, gemeten voor het monster, E<sub>b</sub> die van de blanco-bepaling dan wordt de berekening als volgt:

$(E_a - E_b) \times (50/\text{milliliter filtraat}) \times F \times 100/2,5 = \text{milligram P}_2\text{O}_5 \text{ per } 100 \text{ gram luchtdroge grond.}$

Voor 25 milliliter filtraat wordt de berekeningsformule dan:

$(E_a - E_b) \times 2 \times 1,9 \times 100/2,5 = (E_a - E_b) \times 152 = \text{milligram P}_2\text{O}_5 \text{ per } 100 \text{ gram grond}$

Hierin is:

E<sub>a</sub> = extinctie van de analyse-meetvloeistof

E<sub>b</sub> = extinctie van de blanco

F = waarde van de ijkfactor verkregen uit de ijklijn = ongeveer 1,9

## 5. Opmerkingen

5.1 Voor de bereiding van het extractiemiddel kan men niet uitgaan van technisch ammoniumlactaat, omdat dit meestal donkerbruin of zwart gekleurd is.

5.2 De kool dient voor de ontkleuring van het grondextract, dat door humeuze verbindingen meer of minder bruin gekleurd kan zijn. Het preparaat mag dus geen kationen of anionen aan het extract afgeven of er uit adsorberen.

5.3 Het verdunnen en verhitten van het melkzuur dient om de lactiden, die altijd aanwezig zijn door hydrolyse om te zetten in melkzuur. In sommige preparaten kan de concentratie aan lactiden 20% bedragen. De verdunde oplossing wordt hierdoor in stabiel, tenzij men de lactiden vooraf hydrolyseert. De reactie die zich onder de voorgeschreven omstandigheden voltrekt, is onomkeerbaar. Geconcentreerd melkzuur bevat:

- 70 - 75%  $\text{CH}_3\text{CHOHCOOH}$  (melkzuur)
- 15 - 20%  $(\text{CH}_3\text{CHCOO})_2$  (lactide, anhydride)
- water

Titreert men een dergelijk mengsel, na verdunning met water en natronloog van bekende sterkte onder toevoeging van phenolphthaleïne (fenolftaline) als indicator, dan bepaalt men slechts het melkzuur. Geeft men vervolgens een bekende overmaat natronloog en laat men de oplossing nu gedurende een half uur staan, dan worden eventueel aanwezige lactiden in melkzuur omgezet, waardoor natronloog wordt verbruikt. De resterende hoeveelheid loog wordt met zoutzuur van bekende sterkte teruggetitreerd. Blijkt dat van de overmaat aan loog niets is verbruikt, dan bevatte de onderzochte oplossing enkel melkzuur.

## Onderdeel III, werkvoorschriften voor bepaling van het Pw-getal

### 1. Abstract

Ter bepaling van een voor het gewas beschikbaar deel van het bodemfosfaat wordt een op volume afgemeten hoeveelheid grond eerst met weinig water bevochtigd. Na een tijd van inwerking wordt meer water toegediend tot een totale volumeverhouding tussen water en grond als 60:1. Na schudden en filtreren wordt in het filtraat van de grondsuspensie de fosfaatconcentratie bepaald en hieruit het Pw-getal berekend. Het Pw-getal wordt uitgedrukt in milligram  $\text{P}_2\text{O}_5$  per liter grond. De fosfaatanalyse van het filtraat wordt uitgevoerd volgens de colorimetrische methode van Murphy en Riley.

Bij de bepaling van het Pw-getal wordt uitgegaan van de analysevoorschriften zoals neergelegd in het boek 'Analysemethoden voor grond, rioolslib, gewas en vloeistof', Vierveijzer, H.C., Lepelaar, A. en Dijkstra, J. Instituut voor Bodemvruchtbaarheid, Haren, 1979, p. 23-26.

### 2. Benodigde reagentia

De hieronder beschreven reagentia en oplossingen zijn nodig bij het volgen van de werkwijze zoals omschreven in punt 3 'Werkwijze'. Alle reagentia dienen met gedestilleerd water bereid te worden.

#### 2.1 Zwavelzuur 5N

In een 2 liter maatkolf aan ongeveer 1500 milliliter water 280 milliliter geconcentreerd zwavelzuur ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) p.a. toevoegen, mengen en afkoelen. Dan water toevoegen tot 2000 milliliter en goed mengen.

#### 2.2 Molybdaatoplossing 4%

In een 1 liter maatkolf 40 gram molybdaat  $(\text{NH}_4)\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot\text{H}_2\text{O}$  oplossen in warm water van ongeveer  $50^\circ\text{C}$ , afkoelen en verdunnen tot 1 liter. In het donker, bijvoorbeeld met gebruikmaking van een bruin glas, bewaren.

#### 2.3 Zwavelzure molybdaatoplossing

Meng 1 liter zwavelzuur 5N met 312,5 milliliter molybdaat oplossing 4%. De oplossing is, mits in het donker bewaard, onbepaald houdbaar.

#### 2.4 Ascorbinezuuroplossing 1,75%

Daar deze oplossing slechts één dag houdbaar is, wordt niet meer bereid dan voor één dag nodig is. De afgewogen hoeveelheid ascorbinezuur wordt in water opgelost. Zie het mengschema zoals vermeld onder 2.6 voor de bereiding van het mengreagens.

#### 2.5 Kaliumantimonyltartraatoplossing 0,275%

Voor ruim 500 bepalingen per week (inclusief het voorspoelen van de maatcilinder) wordt de volgende oplossing bereid.

In een maatkolf van 200 milliliter 0,550 gram kaliumantimonyltartraat ( $\text{KSb OC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ) in gedestilleerd water oplossen en verdunnen tot 200 milliliter.

Deze oplossing moet binnen een week worden gebruikt en worden bewaard bij kamertemperatuur, in een koelkast bij enkele graden boven 0°C langer.

#### 2.6 Mengreagens

Op de dag van gebruik bereiden. In de aangegeven volgorde (van links naar rechts) worden zorgvuldig gemengd:

Aantal bepalingen	Zwavelzure molybdaat oplossing	Water en ascorbinezuur		Kalium-antimonyltartraat oplossing	Water	Totaal volume
	ml	ml	g	ml	ml	ml
23	105	50	+ 0,88	8	337	500
48	210	100	+ 1,75	16	674	1000
73	315	150	+ 2,63	24	1011	1500
98	420	200	+ 3,50	32	1348	2000
123	525	250	+ 4,38	40	1685	2500

Laat het mengreagens ongeveer 20 minuten staan en, indien noodzakelijk, filtreer het mengreagens ter verwijdering van een soms gevormd blauw colloïdaal neerslag. Het blauw colloïdaal neerslag kan hoge blancowaarden geven bij de bepaling.

#### 2.7 IJkoplossingen

Los 1,9167 gram  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (volgens de methode van Sørensen) tot 1 liter op in gedestilleerd water. De concentratie van deze voorraadoplossing is 1 milligram  $\text{P}_2\text{O}_5$  per milliliter.

Verdun 10 milliliter voorraadoplossing tot 1 liter. 10 milliliter van deze gebruiksooplossing bevat 100 microgram  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

Pipetteer in maatkolven van 200 milliliter: 10, 20, 40, 60, 80 milliliter gebruiksooplossing en vul aan tot 200 milliliter. Deze standaardoplossing bevat per 20 milliliter respectievelijk: 10, 20, 40, 60, 80 microgram  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

#### 2.8 Vaststellen van de ijklijn:

Pipetteer in erlenmeyers (of flesjes) van ongeveer 100 milliliter:

20 milliliter mengreagens 6) + 20 milliliter standaardoplossingen en meng goed.

Meet, nadat de oplossing 20 minuten heeft gestaan, de lichtabsorptie van de oplossing in een cuvet met 10 millimeter lichtweg in een spectrofotometer of colorimeter bij golflengte 882 nanometer of bij 720 nanometer.

### 3. Werkwijze

De droge, tot een doorsnede van kleiner dan 2 millimeter verkleinde, gezeefde grond wordt geschept met een cilindrisch vaatje met bolvormige bodem, met een inhoud van 1,2 centimeter<sup>3</sup>. Door drie maal zacht aankloppen wordt de grond in dichte pakking gebracht en vervolgens dient de overmaat afgestreeken te worden tot het niveau gelijk is aan de rand van het vaatje. Daarna wordt het afgemeten volume grond kwantitatief overgebracht in een schudfles van 125 centimeter<sup>3</sup> inhoud.

De schudflessen met grond worden gedurende één nacht in een droogstoof gezet bij circa 40°C. Na afkoeling wordt dan 2 milliliter gedestilleerd water toegevoegd en even met de hand geschud om water en grond te mengen. Daarna de flesjes afsluiten en gedurende 22 uren bij een temperatuur van 20°C laten staan. Vervolgens wordt 70 milliliter gedestilleerd water van

20°C toegevoegd en aansluitend gedurende 1 uur geschud bij 20°C met een schudsnelheid van 160-170 slagen per minuut.

Na het schudden wordt gefiltreerd door een dubbelfilter (hard en asvrij). Tussen het schudden en het filtreren een vaste wachttijd (bijvoorbeeld 10 minuten) in acht nemen. De eerste doorlopende milliliters filtraat – in 4 minuten –, die vaak troebel zijn, worden afgevoerd of opnieuw op het filter gebracht. Daarna loopt het filtraat meestal helder door. Zie ook opmerking 5.1.

In erlenmeyers of flesjes van circa 100 milliliter wordt dan 20 milliliter mengreagens (zie 2.6) gepipetteerd en daarna 20 milliliter filtraat. Meng goed en laat 20 minuten staan. Meet de lichtabsorptie van de oplossingen in een cuvet met 10 millimeter lichtweg in een spectrofotometer of colorimeter bij een golflengte van 882 nanometer.

De bepaling van het fosforgehalte in het waterig extract kan ook uitgevoerd worden door middel van een spectrofotometrische bepaling in een doorstroomanalysestelsel bij toepassing van een identieke molybdeenblauwkleuring

#### 4. Berekening

De uitkomst van de bepaling, het Pw-getal bij volumeverhouding 1:60 wordt uitgedrukt in microgram  $P_2O_5$  in het filtraat per 1 centimeter<sup>3</sup> grond  
 $(E_a - E_b) \times F \times 3 = \text{aantal microgram } P_2O_5/\text{centimeter}^3 \text{ grond} = \text{aantal milligram } P_2O_5/\text{liter grond}.$

Hierin is:

$E_a$  = extinctie van de analyse-meetvloeistof

$E_b$  = extinctie van de blanco

$F$  = factor verkregen uit de ijklijn = aantal microgram  $P_2O_5$ /20 milliliter standaardoplossing

$$E_{\text{stand.}} - E_b$$

$$3 = \frac{60 \text{ (milliliter filtraat/1 centimeter}^3 \text{ grond)}}{20 \text{ (milliliter filtraat in 40 milliliter meetvloeistof)}}.$$

#### 5. Opmerkingen

5.1. Filtraten die ondanks de bij het filtreren in acht genomen voorzorgen troebel zijn, worden op de volgende wijze geklaard. Per 50 milliliter filtraat ongeveer 1,5 gram vast natriumchloride (NaCl) toevoegen en laten oplossen. Dan opnieuw filtreren. De nu uitgevlokte colloïdale bestanddelen laten zich gemakkelijk affiltreren. De NaCl-concentratie van ongeveer 0,5N stoort de fosfaatbepaling niet.