



Veevoeder – Totale fosfor



1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

De bepaling van het gehalte aan totaal fosfor in veevoeders kan uitgevoerd worden volgens de fotometrische methode (veevoeders met een laag gehalte aan fosfor), volgens de gravimetrische methode (producten rijk aan fosfor) of met ICP-AES (NBN EN ISO 11885:2009)⁵.

Deze procedure beschrijft enkel de manuele spectrofotometrische bepaling.

2 PRINCIPE

Het monster wordt gedeutereerd, hetzij langs natte weg (speciaal bij minerale stoffen en vloeibare veevoeders), hetzij langs droge weg (speciaal bij organische veevoeders) en in zure oplossing gebracht. De oplossing wordt behandeld met vanadaatmolybdaatreagens. De extinctie van de gevormde geelgekleurde oplossing wordt gemeten met behulp van een spectrofotometer bij 430 nm.

3 REAGENTIA

- 3.1 Calciumcarbonaat, CaCO₃, p.a.
- 3.2 Zoutzuur, HCl, p.a., d = 1,1 (ca. 6 N).
- 3.3 Salpeterzuur, HNO₃ p. a., d = 1,045.
- 3.4 Salpeterzuur, HNO₃, p. a., d = 1,38 à 1,42.
- 3.5 Zwavelzuur, H₂SO₄, p. a., d = 1,84.
- 3.6 Vanadaatmolybdaatreagens
meng in een maatkolf van 1 l 200 ml ammoniumheptamolybdaatoplossing (3.7), 200 ml ammoniummonovanadaatoplossing (3.8) en 134 ml salpeterzuur (3.4). Vul aan met water tot de streep.
- 3.7 Ammoniumheptamolybdaatoplossing
los op 100 g ammoniumheptamolybdaat p.a., (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O, in warm water. Voeg toe 10 ml ammonia (d = 0,91) en vul aan met water tot 1 l.
- 3.8 Ammoniummonovanadaatoplossing
los op 2,35 g ammoniummonovanadaat p. a., NH₄VO₃, in 400 ml warm water. Voeg langzaam, onder voortdurend roeren, toe 20 ml verdund salpeterzuur (7 ml HNO₃ (3.4) + 13 ml H₂O) en vul aan met water tot 1 l.
- 3.9 Fosforstandaardoplossing 1 mg/ml
los op in water 4,387 g kaliumwaterstoffosfaat en vul aan met water tot 1 l.

4 APPARATUUR

⁵ NBN EN ISO 11885:2009: Waterkwaliteit - Bepaling van geselecteerde elementen met optische emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

- 4.1 Verassingschalen van kwarts of porselein.
- 4.2 Elektrische moffeloven met thermostaat, ingesteld op $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$.
- 4.3 Kjeldahlkolven van 250 ml.
- 4.4 Maatkolven en pipetten.
- 4.5 Spectrofotometer.
- 4.6 Reageerbuizen
doorsnede ca. 16 mm, met normaalslijpstuk 14,5; inhoud 25 à 30 ml.

5 UITVOERING

5.1 Bereiding van de oplossing

Bereid de oplossing als beschreven onder 5.2 of 5.2.1, afhankelijk van de aard van het monster.

5.2 Algemene werkwijze

Breng 1 g of meer van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een Kjeldahlkolf. Voeg toe 20 ml zwavelzuur (3.5) en zwenk om, ten einde het analysemateriaal goed te bevochtigen met het zuur en vastzitten aan de wand van de kolf te voorkomen. Verhit de kolf en laat gedurende 10 minuten koken. Laat even afkoelen, voeg toe 2 ml salpeterzuur (3.4) en verwarm zacht. Laat weer even afkoelen, voeg opnieuw een weinig salpeterzuur (3.4) toe en breng weer aan de kook. Herhaal die bewerkingen, totdat de oplossing kleurloos is. Laat vervolgens afkoelen, voeg een weinig water toe, breng de vloeistof over in een maatkolf van 500 ml en spoel de Kjeldahlkolf met warm water uit. Laat afkoelen, vul aan met water tot de streep, meng en filtreer.

5.2.1 Werkwijze voor monsters, die organische stoffen bevatten, maar geen calcium- of magnesiumdiwaterstoffosfaat

Breng ongeveer 2,5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een verassingsschaal en meng innig met 1 g calciumcarbonaat (3.1). Veras in de moffeloven bij $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$, totdat een witte of grijze as verkregen is (een kleine hoeveelheid koolstof stoort niet).

Breng de as in een bekersglas van 250 ml, voeg toe 20 ml water en zoveel zoutzuur (3.2) tot het bruisen ophoudt. Voeg dan nog toe 10 ml zoutzuur (3.2) in overmaat. Plaats het bekersglas op een zandbad en damp in tot droog om het kiezelzuur onoplosbaar te maken. Neem het residu op in 10 ml salpeterzuur (3.3) en laat gedurende 5 minuten koken op het zandbad, zonder dat tot droog ingedampt wordt. Spoel de vloeistof over in een maatkolf van 500 ml en was het bekersglas meermalen met heet water. Koel af, vul aan met water tot de streep, meng en filtreer.

5.3 Ontwikkelen van de kleur en meten van de extinctie

Verdun een aliquoot deel van het onder 5.2 of 5.2.1 verkregen filtraat zo, dat een concentratie aan fosfor verkregen wordt van ten hoogste $40 \mu\text{g/ml}$. Pipeteer 10 ml van de oplossing in een reageerbuis met slijpstuk (4.6), voeg toe 10 ml vanadaatmolybdaatreagens (3.6) en meng. Laat gedurende ten minste 10 minuten staan bij 20°C . Meet dan de extinctie

met behulp van een spectrofotometer bij 430 nm tegen een oplossing, bestaande uit 10 ml water en 10 ml vanadaatmolybdaatreagens (3.6).

5.4 IJkgrafiek

Bereid van de standaardoplossing (3.9) oplossingen, die respectievelijk 5, 10, 20, 30 en 40 µg fosfor per ml bevatten. Voeg aan 10 ml van elk van die oplossingen 10 ml vanadaatmolybdaatreagens (3.6) toe en meng. Laat gedurende ten minste 10 minuten staan bij 20°C. Meet dan de extincties onder de omstandigheden als beschreven in 5.3. Stel een ijkgrafiek op, waarbij op de abcis de hoeveelheden fosfor en op de ordinaat de daarbij behorende extinctiewaarden worden uitgezet. Het verloop van de ijkgrafiek is lineair voor concentraties aan fosfor van 0 tot 40 µg fosfor per ml.

6 BEREKENING VAN DE RESULTATEN

Bepaal met behulp van de ijkgrafiek het gehalte aan fosfor in het analysemonster. Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

7 HERHAALBAARHEID

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan:

3 % relatief bij gehalten van minder dan 5 % fosfor;

0,15 % absoluut bij gehalten van 5 % of meer.