

TOTAAL EN EXTRAHEERBAAR FOSFOR

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/IV/C.14 van mei 1996. Het totaal fosforgehalte wordt bepaald in de analyseoplossing (zie CMA/2/IV/6 punt 4.3) en uitgedrukt als P_2O_5 . Het extraheerbaar fosfor wordt bepaald in het ammoniumacetaat-extract (zie CMA/2/IV/6 punt 4.2) en uitgedrukt als P. Fosfor wordt bepaald door inductief gekoppeld plasma atoomemissiespectrometrie (ICP-AES) of spectrofotometrisch volgens de molybdaatblauw-methode. De ICP-AES analysemethode is beschreven in de compendium methode CMA/2/I/B.1 en de spectrofotometrische analyse in de onderstaande methode.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1 Spectrofotometer voor absorptiemetingen bij 662 nm en glazen cuvetten met 1 cm optische weglengte.

3 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

- 3.1 stockoplossing 250 mg P/l
- 1,0975 g zuiver en droog kaliumdiwaterstoffosfaat (KH_2PO_4) oplossen, aanlengen met water tot 1 l en mengen
- 3.2 standaardoplossing 25 mg P/l
- 10 ml van de stockoplossing 250 mg P/l pipetteren in een maatkolf van 100 ml. Aanlengen met water en mengen. Dagelijks vers bereiden
- 3.3 oplossing I
- 1 g 4-methylaminofenolsulfaat ($(CH_3NHC_6H_4OH)_2 \cdot H_2SO_4$), 2,5 g watervrij natriumsulfiet (Na_2SO_3), en 137 g natriumdisulfiet ($Na_2S_2O_5$) oplossen, aanlengen met water tot 1 l en mengen
- 3.4 oplossing II
- 50 g ammoniummolybdaat ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) oplossen in ong. 400 ml water, 140 ml geconcentreerd zwavelzuur (96 %, d. 1,84) toevoegen, afkoelen, aanlengen tot 1 l en mengen
- 3.5 oplossing III
- 205 g watervrij natriumacetaat (CH_3COONa) oplossen, aanlengen met water tot 1 l en mengen

4 ANALYSEPROCEDURE

4.1 Voorbehandeling van analyse- en blanco-oplossing voor de bepaling van totaal fosfor

Uit de analyseoplossing (zie CMA/2/IV/6 punt 4.3) wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, niet meer dan 250 μg P bevattend, in een maatkolf van 100 ml. Indien het gehalte aan P in de analyseoplossing te hoog is, wordt deze in een gepaste verhouding verdund (verdunningsfactor = D) met water. Dezelfde bewerking uitvoeren met de blanco-oplossing (zie CMA/2/IV/6 punt 4.3).

4.2 Voorbehandeling van het ammoniumacetaat-extract voor de bepaling van extraheerbaar fosfor

Uit het ammoniumacetaat-extract (zie CMA/2/IV/6 punt 4.2) wordt ongeveer 50 ml genomen en gemengd met ongeveer 0,5 g actieve-koolpoeder. Na ongeveer 1 minuut schudden wordt afgefilterd door door een fijne papieren plooi-filter. Uit het filtraat wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, niet meer dan 250 µg P bevattend, in een maatkolf van 100 ml. Indien het gehalte aan P in het extract te hoog is, wordt dit in een gepaste verhouding verdund (verdunningsfactor = D) met water. Voor de blanco-bepaling wordt dezelfde bewerking uitgevoerd met de blanco-oplossing (zie CMA/2/IV/6 punt 4.2).

Opmerking: Indien er geen interferenten gedetecteerd worden bij de gemeten golflengte, dient de menging met actieve kool niet te worden uitgevoerd.

4.3 Bereiding van de standaardreeks

Uit de standaardoplossing van 25 mg P/l wordt in een serie van 6 maatkolven van 100 ml resp. 0-2-4-6-8-10 ml gepipetteerd, zodat een standaardreeks bekomen wordt met concentraties van resp. 0-0,5-1-1,5-2-2,5 mg P/l.

4.4 Spectrofotometrische bepaling

Aan alle hiervoor genoemde bereidingen in maatkolven van 100 ml (4.1. - 4.2. - 4.3.) 10 ml oplossing I toevoegen. Even schudden en 10 ml oplossing II toevoegen. Even schudden en na 15 minuten 20 ml oplossing III toevoegen. Aanlengen met water en mengen. Na 15 minuten de absorbantie meten bij 662 nm van achtereenvolgens standaard-, monster- en blanco-oplossingen met de standaardoplossing van 0 mg P/l (4.3.) als referentie.

5 BEREKENING

Bepaal de concentratie aan P (mg/l) in de monster- en blanco-oplossing aan de hand van een standaardcurve, waarbij de absorbantie wordt uitgezet in functie van de concentratie (mg/l). Het gehalte aan totaal fosfor wordt uitgedrukt op vers analysemateriaal in het percentage aan P₂O₅, en wordt berekend met volgende formule :

$$\text{Totaal fosforgehalte (\% P}_2\text{O}_5) = \frac{0,01146 \cdot (C_x - C_b) \cdot D \cdot (100 - a)}{V}$$

C_x = de concentratie aan P (mg/l) in de monsteroplossing bepaald op de standaardcurve

C_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor (4.1)

a = het percentage gewichtsverlies bij voordroging (cfr. CMA/5/B.1)

V = het volume (ml) van het aliquot (4.1)

Het gehalte aan extraheerbaar fosfor wordt uitgedrukt op vers analysemateriaal, en berekend met volgende formule :

$$\text{Extraheerbaar fosfor (mg P/l compost)} = \frac{500 \cdot D \cdot (C_x - C_b)}{V}$$

C_x = de concentratie aan P (mg/l) in de monsteroplossing, bepaald op de standaardcurve

C_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor (4.2)

V = het volume (ml) van het aliquot (4.2)