



Vaste dierlijke mest – Totale fosfor



1 PRINCIPE

Het monster wordt verast bij 550°C, vervolgens wordt de as opgelost in HNO₃. De bepaling van fosfor in de oplossing gebeurt spectrofotometrisch of met ICP-AES (NBN EN ISO 11885:2009)⁸. Deze procedure beschrijft enkel de manuele spectrofotometrische bepaling.

2 BEMONSTERING EN MONSTERVOORBEHANDELING

De bemonstering van de vaste dierlijke mest wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/01.

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

3 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 3.1 Verassingsschalen
- 3.2 Oven ingesteld op 550°C ± 25°C
- 3.3 Exsiccator
- 3.4 Verwarmplaat
- 3.5 Asvrij filtreerpapier
- 3.6 Spectrofotometer, ingesteld op een golflengte van 880 nm

4 REAGENTIA

- 4.1 Ascorbinezuuroplossing, 0.57 mol/l:
los 10 g ascorbinezuur (C₆H₈O₆) op in 100 ml water. De oplossing moet kleurloos zijn en is 2 weken houdbaar als ze koel en in een donkere fles gestockeerd wordt.
- 4.2 Ascorbinezuur, 0.23 mol/l:
verdun 40 ml oplossing (4.1) tot 100 ml. Bereid dagelijks een verse oplossing.
- 4.3 Zwavelzuur, (H₂SO₄), 18 mol/l
- 4.4 Ammoniumheptamolybdaattetrahydraat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O), p.a.
- 4.5 Antimoonkaliumtartraathemihydraat (K(SbO)C₄H₄O₆·1/2H₂O), p.a.
- 4.6 Kaliumdiwaterstoffosfaat (KH₂PO₄), p.a.
- 4.7 Ammoniumheptamolybdaattetrahydraat-oplossing, 0.02 mol/l:
voeg aan 150 ml water voorzichtig 120 ml zwavelzuur (4.3) toe. Meng en laat afkoelen. Los 13g ammoniumheptamolybdaattetrahydraat ((NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O) (4.4) op in ongeveer 100 ml water en voeg bij de eerste zwavelzuuroplossing. Los 0.35 g antimoonkaliumtartraathemihydraat (K(SbO)C₄H₄O₆·1/2H₂O)(4.5) op in ±100 ml water en voeg dat bij de andere oplossing. Leng aan tot 500 ml en meng. Bewaard in het donker is die oplossing minstens 2 maanden houdbaar.
- 4.8 Stockoplossing fosfor, 50 mg P/l:
droog kaliumdiwaterstoffosfaat (KH₂PO₄) (4.6) bij 105°C tot constant gewicht. Laat afkoelen in een exsiccator. Los 0.220 g kaliumdiwaterstoffosfaat op in 1 l water. Koel bewaard is die oplossing minstens 1 week houdbaar.
- 4.9 Standaard fosfor, 5 mg P/l:

⁸ NBN EN ISO 11885:2009: Waterkwaliteit - Bepaling van geselecteerde elementen met optische emissiespectrometrie met inductief gekoppeld plasma (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

- leng 10 ml fosfor stockoplossing (4.8) aan tot 100 ml met water. Bereid dagelijks vers.
- 4.10 HNO₃, 14 mol/l
- 4.11 HNO₃, 1 mol/l

5 WERKWIJZE

5.1 Destructieprocedure

- Weeg 1 à 2.5 g droog monster tot op 1 mg nauwkeurig (m).
- Veras dat monster bij 550°C (3.2) gedurende 4 uur. De as moet grijswit zijn.
- Indien de as niet wit kleurt: enkele druppels HNO₃ (4.10) toevoegen en nogmaals verassen gedurende 1 uur.
- Breng de as kwantitatief over in een beker van 100 ml met 20 ml HNO₃ 1M (4.11).
- 1 uur laten digesteren op een verwarmplaat (3.4) of in een warmwaterbad
- Filtreren (3.5). Filtraat opvangen in een maatkolf van 100 ml en de filter goed spoelen met 1M HNO₃
- Aanlengen tot 100 ml met 1M HNO₃ (4.11)
- Meestal is verdere verdunning noodzakelijk.

5.2 Spectrofotometrische bepaling

- Voor de kalibratie: pipetteer 0, 1, 2, 3, 4 en 5 ml fosforstandaard (4.9) in maatkolven van 50 ml. Dit komt overeen met 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 en 0.5 mg P/l. Voor de monsteroplossingen: pipetteer 10 ml monsteroplossing in een kolfje van 50 ml
- Voeg 1 ml ascorbinezuuroplossing (4.2) toe, meng en laat een halve minuut staan.
- Voeg 2 ml ammoniummolybdaatoplossing (4.7) toe, leng aan met water en meng.
- Meet na 20 minuten (3.6) de intensiteit bij 880 nm en noteer de meetwaarde (E₁).
- Voer ook een blancobepaling uit. Dit geeft de waarde E₀.

6 BEREKENINGEN

Er wordt uitgegaan van een lineair verband tussen de intensiteit en de concentratie. De kalibratie wordt berekend met lineaire regressie. Dit geeft als vergelijking: $y = ax + b$

Met a: helling van de rechte

b: het snijpunt met de Y-as of intercept.

Met die vergelijking kunnen de concentraties van de onbekenden berekend worden. Er wordt blancocorrectie uitgevoerd door de intensiteit van de blanco af te trekken van de intensiteit van het monster. Om de concentratie in het oorspronkelijk destruktaat te kennen moeten alle verdunningen in rekening worden gebracht: 5-voudige verdunning bij de spectrofotometrische bepaling en eventuele bijkomende verdunningen.

De verkregen fosforconcentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_P (kg P₂O₅/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule.

$$C_P = \frac{C_1 \times 5 \times f \times 0.1}{m} \times DS \times 2.29$$

met	C_P	concentratie fosfor in het oorspronkelijk monster in kg P_2O_5 /1000 kg VM
	C_1	concentratie verkregen uit de ijklijn na blancocorrectie in mg P/l
	f	eventuele verdunningsfactor
	DS	droge stof gehalte bepaald volgens BAM/deel 4/03
	m	massa droog monster dat in bewerking werd genomen in g

7 OPMERKINGEN

- a. Deze procedure beschrijft de manuele spectrofotometrische bepaling van fosfor. Er bestaan talrijke varianten op die bepalingsmethode evenals geautomatiseerde technieken.
- b. Deze spectrofotometrische bepaling is in staat lage concentraties fosfor te bepalen. Aangezien de fosforconcentraties in mest veel hoger zijn, moet er sterk worden verdund wat een bijkomende fout introduceert. Als alternatief kan de Scheel methode gebruikt worden die veeleer geschikt is voor hoge concentraties.