

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Totale fosfor

INHOUD

1	Principe	3
2	Apparatuur en materiaal	3
3	Reagentia	3
4	Ontsluitingsmethodes	3
4.1	<i>Ontsluiting met verassing en HNO_3 destructie</i>	3
4.2	<i>Ontsluiting met HNO_3/HCl (aqua regia)</i>	4
5	Analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing	4
6	Berekeningen	5
6.1	<i>Berekeningswijze voor gedroogde monsters</i>	5
6.2	<i>Berekeningswijze voor verse monsters</i>	5
7	Referenties	5

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02.

Voor de bepaling van totale P in vloeibare mest en vloeibare behandelde mest kunnen de volgende destructie- en analysemethodes worden toegepast:

- a. het gedroogde 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;
- b. het verse of gedroogde monster wordt ontsloten met een aqua regia (HNO₃:HCl) zuurdestructie. De bepaling van fosfor in de oplossing wordt uitgevoerd met ICP-AES.

Voor de bepaling van totale P in vloeibare mest kan het verse monster worden ontsloten met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat volgens NEN 7433. De bepaling van fosfor in de oplossing gebeurt spectrofotometrisch of met ICP-AES. Op dezelfde ontsluitingsoplossing is het mogelijk om totaal N (= Kjeldahl-N) te bepalen.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. verassingsschalen
- b. oven ingesteld op 550°C ± 25°C
- c. exsiccator
- d. verwarmplaat
- e. asvrij filtreerpapier
- f. zuurbestendige destructieblok, programmeerbaar tot minimaal 105°C
- g. wegwerpbare destructiebuizen van 50 ml, zuurbestendig
- h. compacte condensor

3 REAGENTIA

- a. HNO₃, 14 mol/l
- b. HNO₃, 1 mol/l
- c. HCl, 12 mol/l

4 ONTSLUITINGSMETHODES

4.1 ONTSLUITING MET VERASSING EN HNO₃ DESTRUCTIE

Weeg 1 à 2,5 g droog monster tot op 1 mg nauwkeurig (m).

Veras dat monster bij 550°C gedurende 4 uur. De as moet grijswit zijn. Als de as niet wit kleurt enkele druppels 14M HNO₃ toevoegen en nogmaals verassen gedurende 1 uur.

Breng de as kwantitatief over in een beker van 100 ml met 20 ml 1M HNO₃. Eén uur laten digesteren op een verwarmplaat of in een warmwaterbad.

Filtreren en filtraat opvangen in een maatkolf van 100 ml en de filter goed spoelen met 1M HNO₃. Aanlengen tot 100 ml met 1M HNO₃.

4.2 ONTSLUITING MET HNO₃/HCL (AQUA REGIA)

De destructie kan ook uitgevoerd worden in een verwarmbare destructieblok met destructiebuizen voorzien van een compacte condensor.

Opmerking: Als alternatief kan voor de condensor een horlogeglas of een afsluitdop (vastdraaien en een halve slag terug losdraaien) worden gebruikt.

Weeg ongeveer 15 g vers gehomogeniseerd of 1 g gedroogd monster, gemalen in de mortier, tot op 1 mg nauwkeurig (m) in een destructiebuis. Voeg stapsgewijs 4 ml 14M HNO₃ en 12 ml 12M HCl toe.

Plaats de condensor op de destructiebuizen. Laat de destructiebuizen op kamertemperatuur staan om een trage reactie van het organisch materiaal mogelijk te maken. Voer het destructieprogramma uit met stapsgewijze opwarming, bijvoorbeeld:

- opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;
- opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
- opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.

Filtreer het monster na destructie. Leng aan met ultra puur water tot 50 ml.

5 ANALYTISCHE BEPALING VAN FOSFOR IN DE ONTSLUITINGSOPLOSSING

De analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing kan worden uitgevoerd volgens:

- NBN EN ISO 11885:2009 Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

De analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing kan spectrofotometrisch worden uitgevoerd volgens:

- NBN EN ISO 6878: 2004 Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method;
- 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);
- NBN EN ISO 15681-2: 2005 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: 2003);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Opmerking: Voor de spectrofotometrische methodes wordt het fosfor gehalte bepaald in een vijfvoudige verdunning van de ontsluitingsoplossing.

6 BEREKENINGEN

6.1 BEREKENINGSWIJZE VOOR GEDROOGDE MONSTERS

De gemeten fosforconcentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_p (kg P_2O_5 /1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_p = \frac{C_1}{m} \times f \times V \times DS \times 2.29 \times \frac{1}{1000}$$

waarbij:

C_p : concentratie fosfor in het oorspronkelijk monster in kg P_2O_5 /1000 kg VM;

C_1 : gemeten fosfor concentratie in mg P/l;

f: eventuele verdunningsfactoren;

V: volume van ontsluitingsoplossing in liter;

DS: drogestofgehalte in kg/1000 kg VM zoals bepaald in BAM/deel3/03;

m : massa droog monster dat in bewerking werd genomen in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

6.2 BEREKENINGSWIJZE VOOR VERSE MONSTERS

De gemeten fosforconcentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_p (kg P_2O_5 /1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_p = \frac{C_1}{m} \times f \times V \times 2.29$$

waarbij:

C_p : concentratie fosfor in het oorspronkelijk monster in kg P_2O_5 /1000 kg VM;

C_1 : gemeten concentratie in mg P/l;

f: eventuele verdunningsfactoren;

V: volume van ontsluitingsoplossing in liter;

m: massa vers monster dat in bewerking werd genomen in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

7 REFERENTIES

- NEN 7433:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling voor de bepaling van stikstof, fosfor en kalium - Ontsluiting met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat
- NEN 7435:1998 2de ontwerp Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan fosfor in destrukaten
- NBN EN 13650:2001 Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements
- NBN EN ISO 6878:2004 Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method

- e. 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)
- f. NBN EN ISO 15681-2:2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO 15681-2:2003)
- g. NBN EN ISO 11885:2009 Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007)
- h. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection
- i. C. Vanhoof, A. Cluyts, K. Duyssens, E. Poelmans, Wendy Wouters en K. Tirez, *Houdbaarheid van N parameters en destructie van P in mestmonsters*, VITO rapport 2011/MANT/070, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/rapport_mest_N_en_P_2011.pdf
- j. C. Vanhoof en K. Tirez, *Evaluatie analysemethoden voor de bepaling van anorganische parameters in digestaten*, VITO rapport 2012/MANT/R/005, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/Rapport_2011_digestaten_finaal.pdf
- k. C. Vanhoof en K. Tirez, *Harmonisatie anorganische analysemethoden voor de analyse van compost, mest en diverse digestaatstromen*, VITO rapport 2012/MANT/R/086, https://reflabos.vito.be/onderzoeksrapporten/2012_Bodemverbeterende_middelen_finaal.pdf