

Veevoeder - Totale fosfor

INHOUD

1	Principe	3
2	Ontsluitingsmethodes	3
3	Rapportering	4
4	Referentie	4

1 PRINCIPE

De analyses worden uitgevoerd op het verfijnde monster (< 1 mm) verkregen na monstervoorbehandeling zoals beschreven in BAM/deel 2/02.

Voor de bepaling van fosfor in veevoeder wordt het monster eerst gedestruëerd. Vervolgens wordt het fosforgehalte in de ontsluitingsoplossing bepaald.

De volgende analysemethoden zijn ontwikkeld binnen CEN/TC 327 en ISO TC 34/SC 10 *Animal feeding stuffs* en kunnen worden toegepast voor de bepaling van fosfor in veevoeder:

- a. ISO 6491:1998 Animal feeding stuffs - Determination of phosphorus content – Spectrofotometric method: deze methode beschrijft een ontsluiting, hetzij langs droge weg door verassing bij 550°C en digestie met HCl en HNO₃ op een verwarmplaat (organische veevoerders, vrij van fosfaten), hetzij langs natte weg door digestie met H₂SO₄ en HNO₃ (speciaal bij minerale stoffen en vloeibare veevoerders). De digestie-oplossing wordt behandeld met vanadaat-molybdaatreagens. De extinctie van de gevormde geelgekleurde oplossing wordt gemeten met behulp van een spectrofotometer bij 430 nm;
- b. NBN EN 15510:2008 Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc, copper, manganese, cobalt, molybdenum, arsenic, lead and cadmium by ICP-AES (idem ISO 27085:2009): deze methode beschrijft een ontsluiting, hetzij langs droge weg door verassing bij 450°C en digestie met HCl op een verwarmplaat (organische veevoerders, vrij van fosfaten), hetzij langs natte weg door digestie met HCl op een verwarmplaat (minerale stoffen en organische veevoerders met fosfaten). Het fosforgehalte wordt vervolgens gemeten met ICP-AES;
- c. NBN EN 15621:2012 Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, sulphur, iron, zinc, copper, manganese and cobalt after pressure digestion by ICP-AES: deze methode beschrijft een ontsluiting onder druk met een microgolfoven of met een hogedrukverasser. Als zuurmengsel wordt gebruik gemaakt van HNO₃/H₂O₂ of HNO₃. Het fosforgehalte wordt vervolgens gemeten met ICP-AES.

2 ONTSLUITINGSMETHODES

De ontsluitingsmethoden zoals beschreven in de bovenstaande normmethoden zijn van toepassing. **Bijkomend kunnen volgende ontsluitingen ook worden toegepast.**

- a. Ontsluiting met HNO₃/HCl, met 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 1 g vers of gedroogd analysemateriaal tot op 1 mg nauwkeurig 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 vervolgens het destructieprogramma uit met stapsgewijze opwarming, bijvoorbeeld.:

- a. opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;

- b. opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
- c. opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.

Leng aan met ultra puur water tot 50 ml.

Het fosforgehalte in de ontsluitingsoplossing wordt gemeten met ICP-AES volgens EN 15510 of EN 15621.

- b. Ontsluiting door verassing bij 550°C en digestie met HNO₃ in een warmwaterbad (organische veevoeders, vrij van fosfaten)

Weeg 1 à 2,5 g vers of gedroogd analysemateriaal tot op 1 mg nauwkeurig (m).

Veras dat monster bij (550 ± 25)°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 1M. 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.

Het fosforgehalte in de ontsluitingsoplossing wordt gemeten met ICP-AES volgens EN 15510 of EN 15621.

3 RAPPORTERING

Het gehalte aan totale fosfor wordt gerapporteerd in %P op vers monster.

4 REFERENTIE

- a. VERORDENING (EG) Nr. 152/2009 VAN DE COMMISSIE van 27 januari 2009 tot vaststelling van de bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders, bijlage III, deel P, <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/NL/TXT/PDF/?uri=CELEX:32009R0152&from=nl>
- a. ISO 6491:1998 Animal feeding stuffs - Determination of phosphorus content - Spectrofotometric method.
- b. NBN EN 15510:2008 Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc, copper, manganese, cobalt, molybdenum, arsenic, lead and cadmium by ICP-AES (idem ISO 27085:2009).
- c. NBN EN 15621:2012 Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, sulphur, iron, zinc, copper, manganese and cobalt after pressure digestion by ICP-AES.
- d. C. Vanhoof, F. Beutels, K. Duyssens en K. Tirez , *Evaluatie ontsluitingsmethode voor de bepaling van fosfor in veevoeder*, VITO rapport 2012/MANT/R/104.