

Stofnaam	Fosfor	
Type methode	Colorimetrisch	
Te onderzoeken in	Mengvoeders uitgezonderd mineralenmengsels; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders uitgezonderd minerale grondstoffen / enkelvoudige diervoeders	
Minimum bepaalbaarheidsgrens	-	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDLL ringtesten
	3 % bij < 50 g/kg 1,5 g/kg bij 50 g/kg of meer	5,2% < 50 g/kg 7,1% bij 50- 300 g/kg 5,4% > 300 g/kg
Reproduceerbaarheid	15 % bij < 300 g/kg	10,8% < 50 g/kg 13,9% bij 50- 300 g/kg 11,0% > 300 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van totaal fosfor. Bijlage 1. Tweede richtlijn van de Commissie van 18 november 1971 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (71/393/EEG). Publicatieblad van de EG 20-12-1971; Nr L 279/15-16	

## BEPALING VAN TOTAAL FOSFOR

### 1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan totaal fosfor in veevoeders. De methode is bijzonder geschikt voor de analyse van veevoeders met een laag gehalte aan fosfor, in bepaalde gevallen (producten rijk aan fosfor) kan een gravimetrische methode worden toegepast.

### 2. Beginsel

Het monster wordt gedestruueerd, 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 p.a.

3.2 Zoutzuur p.a.,  $d=1,1$  (ca. 6 N)

3.3 Salpeterzuur p.a.,  $d=1,045$

3.4 Salpeterzuur p.a.,  $d=1,38$  à  $1,42$

3.5 Zwavelzuur p.a.,  $d=1,84$

3.6 Vanadaatmolybdaatreagens: meng in een maatkolf van 1l 200 ml ammoniumheptamolybdaatoplossing (3.6.1), 200 ml ammoniummonovanadaatoplossing (3.6.2) en 134 ml salpeterzuur (3.4). Vul aan met water tot de streep.

3.6.1 Ammoniumheptamolybdaatoplossing: los op 100 g ammoniumheptamolybdaat p.a.,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , in warm water. Voeg toe 10 ml ammonia ( $d=0,91$ ) en vul aan met water tot 1 l.

3.6.2 Ammoniummonovanadaatoplossing: los op 2,35 g ammoniummonovanadaat p.a.,  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , in 400 ml warm water. Voeg langzaam, onder voortdurend roeren, toe 20 ml verdund salpeterzuur (7 ml  $\text{HNO}_3$  (3.4) + 13 ml  $\text{H}_2\text{O}$ ) en vul aan met water tot 1 l.

3.7 Fosforstandaardoplossing 1 mg/ml: los op in water 4,387 g kaliumwaterstoffosfaat en vul aan met water tot 1 l.

## 4. Apparatuur

- 4.1 Verassingsschalen van kwarts of porselein
- 4.2 Elektrische moffeloven met thermostaat, ingesteld op 550°C.
- 4.3 Kjeldahlkolven van 250 ml
- 4.4 Maatkolven en pipetten
- 4.5 Spectrofotometer
- 4.6 Reageerbuisen, 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 5.1.1 of 5.1.2, afhankelijk van de aard van het monster

#### 5.1.1 *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 min 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 deze bewerkingen, totdat de oplossing kleurloos is. Laat hierna afkoelen, voeg opnieuw een weinig salpeterzuur (3.4) toe en breng weer aan de 500 ml en spoel de Kjeldahlkolf met warm water uit. Laat afkoelen, vul aan met water tot de streep, meng en filtreer.

#### 5.1.2 *Werkwijze voor monsters, die organische stoffen bevatten, maar geen calcium- of magnesiumdiwaterstofsulfaat*

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°C ± 25°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 min. koken op het zandbad, zonder dat tot droog ingedamp 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.

## 5.2 *Ontwikkelen van de kleur en meten van de extinctie*

Verdun een aliquoot deel van het onder 5.1.1 of 5.1.2 verkregen filtraat zo, dat een concentratie aan fosfor verkregen wordt van ten hoogste 40 µg/ml. Pipetteer 10 ml van deze oplossing in een reageerbuis met slijpstuk (4.6), voeg toe 10 ml vanadaatmolybdaatreagens (3.6) en meng. Laat gedurende ten minste 10 min 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)

## 5.3 *Ijkgrafiek*

Bereid van de standaardoplossing (3.7) oplossingen, die respectievelijk 5, 10, 20, 30 en 40 µg fosfor bevatten. Voeg aan 10 ml van elk van deze oplossingen 10 ml vanadaatmolybdaatreagens (3.6) toe en meng. Laat gedurende ten minste 10 min. staan bij 20°C. Meet dan de extincties onder de omstandigheden als beschreven in 5.2. 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.

### *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.