

BULLETIN

# BENELUX

PUBLIKATIEBLAD

**INHOUD :**

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake de methoden van onderzoek voor **meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren**, M (78) 10, ondertekend te Brussel, op 14 november 1978

**MET REGLEMENT**

**TABLE DES MATIERES :**

Décision du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux concernant les méthodes d'analyse des **engrais, engrais calcaires, amendements organiques du sol et marchandises connexes**, M (78) 10, signée à Bruxelles le 14 novembre 1978

**AVEC REGLEMENT**

---

Het Benelux-Publikatieblad wordt uitgegeven door het Secretariaat-Generaal van de BENELUX ECONOMISCHE UNIE, Regenschapsstraat 39, 1000 Brussel.

Le Bulletin Benelux est édité par le Secrétariat général de l'UNION ECONOMIQUE BENELUX, 39, rue de la Régence, 1000 Bruxelles.

Het Publikatieblad bevat de tekst van de in Benelux-verband gesloten overeenkomsten tussen de drie Staten, alsmede van door het Comité van Ministers der Unie genomen beschikkingen en aanbevelingen.

Dans le Bulletin Benelux sont repris les textes des conventions conclues dans le cadre du Benelux entre les trois Etats, ainsi que les textes de décisions et recommandations prises par le Comité de Ministres de l'Union.

Het Publikatieblad kan tevens worden gebruikt als periodieke aanvulling van de « Benelux-Basisteksten ».

Le Bulletin Benelux peut également servir pour compléter régulièrement les « Textes de base Benelux ».

Deze bevatten de systematisch ingedeelde, volledige verzameling van de officiële teksten der Unie.

Ceux-ci contiennent la collection complète des textes officiels, classés systématiquement.

Om de Basisteksten bij te werken, dient men de omslag van het Publikatieblad te verwijderen en de losse, geperforeerde blaadjes in de daartoe bestemde banden der Basisteksten in te lassen volgens de bij ieder nummer gevoegde aanwijzingen.

Pour la mise à jour des Textes de base, il suffit de détacher la couverture du Bulletin et d'insérer les feuillets mobiles perforés dans les reliures des Textes de base, en suivant les instructions accompagnant chaque numéro.

Voor prijs en verkoopadressen van het Publikatieblad en de Basisteksten raadplege men de achterzijde van deze kaft.

Pour les prix et adresses des Bureaux de vente du Bulletin et des Textes de base, prière de consulter la dernière page de cette couverture.

---

## BENELUX

### **BENELUX-PUBLIKATIE- BLAD 1979-2**

april 1979

Dit nummer bevat uitsluitend Beschikking M (78) 10 van 14 november 1978 met het daarbij behorende Reglement, dit laatste in fotocopie-vorm.

In het voorgaande nummer, 1979-1, is alleen de Beschikking zelf opgenomen, doch niet het Reglement, gezien de grote omvang daarvan en de beperkte kring van belanghebbenden (zie blz. 2306-2308, Basisteksten Deel 6/II). Aldus wordt voor de abonnees een kostenbesparing bereikt en een overmatige aanvulling der Basisteksten vermeden.

Een exemplaar van nr 1979-2 wordt gratis toegezonden aan de abonnees die het Secretariaat-Generaal van Benelux daarom verzoeken. Abonnees die meer exemplaren wensen en niet-abonnees kunnen het nummer bestellen bij de gebruikelijke verkooppunten van het Publikatieblad tegen betaling van F 100,— of f 6,90 per exemplaar.

De blaadjes van dit nummer dienen derhalve niet te worden ingelast in de Benelux-Basisteksten.

### **BULLETIN BENELUX 1979-2**

avril 1979

Le présent numéro contient uniquement la Décision M.(78) 10 du 14 novembre 1978, ainsi que le Règlement y afférent, ce dernier sous forme de photocopie.

Le numéro précédent, 1979-1, n'a repris que le texte de la Décision même, et non celui du Règlement, ce dernier étant d'une longueur inhabituelle et n'intéressant qu'un nombre limité de personnes (voir les pp. 2306-2308, Textes de Base, Tome 6/II). Les abonnés peuvent ainsi réaliser une économie de frais, et on évite en même temps de devoir ajouter un supplément excessif aux Textes de Base.

Un exemplaire du n° 1979-2 sera envoyé gratuitement aux abonnés qui en feront la demande au Secrétariat général du Benelux. Ceux qui désirent obtenir des exemplaires supplémentaires ainsi que les non abonnés peuvent commander ce numéro aux bureaux de vente habituels du Bulletin contre paiement de F 100,— ou de f 6,90 par exemplaire.

Les feuillets de ce numéro ne sont donc pas destinés à être insérés dans les Textes de Base Benelux.

**BESCHIKKING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 14 NOVEMBER 1978  
INZAKE DE METHODEN VAN ONDERZOEK VOOR  
MESTSTOFFEN, KALKMESTSTOFFEN, ORGANISCHE  
BODEMVERBETERENDE MIDDELEN EN  
AANVERWANTE WAREN**

**M (78) 10**

*(inwerkingtreding op 14 februari 1979)  
(voor Beschikking M (77) 15 : zie blz. 2224)*

---

**DECISION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 14 NOVEMBRE 1978  
CONCERNANT LES METHODES D'ANALYSES  
DES ENGRAIS, ENGRAIS CALCAIRES,  
AMENDEMENTS ORGANIQUES DU SOL  
ET MARCHANDISES CONNEXES**

**M (78) 10**

*(entrée en vigueur le 14 février 1979)  
(pour la Décision M (77) 15 : voir p. 2224)*

**BESCHIKKING**

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
inzake de methoden van onderzoek voor meststoffen, kalkmeststoffen,  
organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren

M (78) 10

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 1 van het Protocol van 29 april 1969 inzake de afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen van Benelux en inzake de opheffing van de belemmeringen van het vrije verkeer,

Gelet op de richtlijn van de Raad van de E.G. van 18 december 1975 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake meststoffen (76/116/EEG),

Gelet op de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake het intra-Benelux-verkeer van meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren, M (77) 15 van 8 december 1977,

Gelet op de richtlijn van de Commissie van 22 juni 1977 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake de bemonsterings- en analysemethoden voor meststoffen, 77/535/EEG,

Overwegende dat de richtlijn van de Commissie van 22 juni 1977, 77/535/EEG bemonsterings- en analysemethoden geeft voor de meststoffen, bedoeld in de richtlijn van de Raad van de E.E.G. van 18 december 1975 en dat voor bepaalde meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren, bedoeld in Beschikking M (77) 15 de methoden nog niet gemeenschappelijk zijn opgesteld,

Overwegende dat in de Beneluxlanden een dringende behoefte bestaat aan methoden van onderzoek voor de produkten waarop Beschikking M (77) 15 betrekking heeft,

Heeft het volgende beslist :

*Artikel 1*

De regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen die betrekking hebben op de produkten, vermeld in de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie inzake het intra-Benelux-verkeer van meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren, M (77) 15, worden uitgevoerd volgens de methoden waarin het aan deze Beschikking gehechte reglement voorziet.

**DECISION**  
**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux**  
**concernant les méthodes d'analyses des engrais, engrais calcaires,**  
**amendements organiques du sol et marchandises connexes**  
**M (78) 10**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1<sup>er</sup> du Protocole du 29 avril 1969 relatif à la suppression des contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux et à la suppression des entraves à la libre circulation,

Vu la directive du Conseil des C.E. du 18 décembre 1975 concernant le rapprochement des législations des Etats membres relatives aux engrais (76/116/CEE),

Vu la Décision du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux, relative aux échanges intra-Benelux d'engrais, d'engrais calcaires, d'amendements organiques du sol et de marchandises connexes, M (77) 15 du 8 décembre 1977,

Vu la directive de la Commission du 22 juin 1977 concernant le rapprochement des législations des Etats membres relatives aux méthodes d'échantillonnage et d'analyse des engrais, 77/535/CEE,

Considérant que la directive de la Commission du 22 juin 1977, 77/535/CEE énonce des méthodes d'échantillonnage et d'analyse pour les engrais, visés par la directive du Conseil des C.E. du 18 décembre 1975 et que les méthodes ne sont pas encore établies en commun pour certains engrais, engrais calcaires, amendements organiques du sol et marchandises connexes visés par la Décision M (77) 15,

Considérant l'impérieuse nécessité de disposer, dans les pays du Benelux, de méthodes d'analyse des produits auxquels la Décision M (77) 15 a trait,

A pris la présente décision :

*Article 1<sup>er</sup>*

Les gouvernements des trois pays du Benelux prennent les mesures nécessaires pour que les déterminations concernant les produits cités à la décision du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux relative aux échanges intra-Benelux d'engrais, d'engrais calcaires, d'amendements organiques du sol et de marchandises connexes, M (77) 15, soient effectuées selon les méthodes reprises dans le règlement annexé à la présente décision.

*Artikel 2*

1. De regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de voorschriften van het aan deze Beschikking gehechte reglement drie maanden na de ondertekening van deze Beschikking van kracht worden.
2. Binnen zes maanden te rekenen vanaf die datum brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige Beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 14 november 1978.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

H. SIMONET

**Nota**

Het in artikel 1 van deze Beschikking bedoelde reglement zal in verband met zijn omvang (143 pag.) afzonderlijk worden gepubliceerd in het eerstvolgende nummer van het Benelux-publikatieblad, nr 1979-2. Eén exemplaar van dit nummer zal gratis worden toegezonden aan alle abonnees die daartoe een verzoek richten aan het Secretariaat-Generaal van de Benelux Economische Unie. Abonnees die meerdere exemplaren wensen te ontvangen en niet-abonnees kunnen dit nummer bestellen bij de gebruikelijke verkooppunten van het Benelux-publikatieblad tegen betaling van F 100,— of f 6,90 per exemplaar. Bij wijze van inlichting is hierna de inhoudsopgave gegeven van het bij deze Beschikking behorende Reglement.

*Article 2*

1. Les gouvernements des trois pays du Benelux prennent les mesures nécessaires pour que les dispositions reprises dans le règlement annexé à la présente décision entrent en vigueur trois mois après la signature de cette décision.
2. Dans les six mois à compter de cette date, chacun des trois Gouvernements fera rapport au Comité de Ministres sur les mesures qui ont été prises pour l'exécution de cette décision. Le texte des mesures d'exécution nationales sera joint à ce rapport.

FAIT à Bruxelles, le 14 novembre 1978.

Le Président du Comité de Ministres,

H. SIMONET

**Note**

Le Règlement annexé visé à l'article 1<sup>er</sup> de cette Décision sera, compte tenu de son volume (143 pages) publié séparément dans la prochaine livraison du Bulletin Benelux qui portera le numéro 1979-2. Un exemplaire de ce numéro sera envoyé aux abonnés qui en feront la demande au Secrétariat général de l'Union économique Benelux. Il sera fourni gratuitement. Les abonnés désirant obtenir plusieurs exemplaires, ainsi que les non-abonnés, peuvent passer commande aux bureaux de vente habituels du Bulletin Benelux au prix de F 100,— ou f 6,90 l'exemplaire. A titre d'information est publiée ci-après la table des matières du Règlement annexé à la présente Décision.



**Reglement**  
**Inzake de methoden van onderzoek voor meststoffen,**  
**kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende**  
**middelen en aanverwante waren,**  
**M (78) 10, Bijlage**

**INHOUDSOPGAVE**

	Pag.
<b>HOOFDSTUK I : Bereiding van het monster bestemd voor de analyse . . . . .</b>	1- 3
<b>HOOFDSTUK II : Bepaling van stikstof, fosfor, kalium, magnesium, chloor en de fijnheid in afwezigheid van organische stof . . . . .</b>	4- 5
— stikstof . . . . .	4
— fosfor . . . . .	4
— kalium . . . . .	5
— magnesium . . . . .	5
— chloor . . . . .	5
— fijnheid . . . . .	5
<b>HOOFDSTUK III: Bepaling van stikstof, fosfor, kalium, magnesium, chloor bij aanwezigheid van organische stof . . . . .</b>	6- 51
<b>Methode BNL-N-1: Bepaling van stikstoftotaal bij afwezigheid van nitraten en in aanwezigheid van organische stof . . . . .</b>	6- 10
<b>Methode BNL-N-2: Bepaling van ammoniumstikstof bij aanwezigheid van organische stof . . . . .</b>	11- 20
<b>Methode BNL-N-3: Bepaling van nitraatstikstof in aanwezigheid van organische stof . . . . .</b>	21- 25
<b>Methode BNL-N-4: Bepaling van stikstoftotaal bij aanwezigheid van nitraten en organische stof . . . . .</b>	26- 30
<b>Methode BNL-N-5: Bepaling van ureumstikstof (meer dan 3%) bij aanwezigheid van organische stof . . . . .</b>	31- 34
<b>Methode BNL-N-6: Bepaling van ureumstikstof (tot en met 3%) bij aanwezigheid van organische stof . . . . .</b>	35- 38
<b>Methode BNL-N-7: Bepaling van de in pepsine-zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof . . . . .</b>	39- 41

**Règlement  
concernant les méthodes d'analyse des engrais,  
engrais calcaires, amendements organiques du  
sol et marchandises connexes**

**M (78) 10, Annexe**

**TABLE DES MATIERES**

	Page
<b>CHAPITRE I</b> : Préparation de l'échantillon en vue de l'analyse	1- 3
<b>CHAPITRE II</b> : Détermination de l'azote, du phosphore, du potassium, du magnésium, du chlore et de la finesse de mouture en l'absence de matières organiques	4- 5
— azote	4
— phosphore	4
— potassium	5
— magnésium	5
— chlore	5
— finesse de mouture	5
<b>CHAPITRE III</b> : Détermination de l'azote, du phosphore, du potassium, du magnésium, du chlore en présence de matières organiques	6- 51
<b>Méthode BNL-N-1</b> : Détermination de l'azote total en l'absence de nitrates et en présence de matières organiques	6- 10
<b>Méthode BNL-N-2</b> : Détermination de l'azote ammoniacal en présence de matières organiques	11- 20
<b>Méthode BNL-N-3</b> : Détermination de l'azote nitrique en présence de matières organiques	21- 25
<b>Méthode BNL-N-4</b> : Détermination de l'azote total en présence de nitrates et de matières organiques	26- 30
<b>Méthode BNL-N-5</b> : Détermination de l'azote uréique (plus de 3%) en présence de matières organiques	31- 34
<b>Méthode BNL-N-6</b> : Détermination de l'azote uréique (jusque 3%) en présence de matières organiques	35- 38
<b>Méthode BNL-N-7</b> : Détermination de l'azote organique soluble par la pepsine en milieu chlorhydrique	39- 41

	Pag.
<b>Methode BNL-N-8</b> : Bepaling van stikstof gelijk- tijdig onder diverse vormen aanwezig, in aan- wezigheid van organische stof . . . . .	42 - 43
<b>Methode BNL-P-1-1</b> : Extractie van fosfor oplos- baar in mineraal zuur bij aanwezigheid van organische stof . . . . .	44 - 45
<b>Methode BNL-P-1-2</b> : Extractie van fosfor oplos- baar in water bij aanwezigheid van organische stof . . . . .	46
<b>Methode BNL-P-2</b> : Bepaling van fosfor in ex- tracten bij aanwezigheid van organische stof .	46
<b>Methode BNL-K-1</b> : Bepaling van kalium oplos- baar in water bij aanwezigheid van organische stof . . . . .	47
<b>Methode BNL-Mg-1</b> : Bepaling van magnesium oplosbaar in water . . . . .	48
<b>Methode BNL-C1-1</b> : Bepaling van chloriden bij aanwezigheid van organische stof . . . . .	49 - 51
<b>HOOFDSTUK IV</b> : Bepaling van de zuurbindende waarde, calcium en het basenequivalent . . . . .	52 - 83
<b>Methode BNL-Ca-1</b> : Bepaling van de zuurbin- dende waarde . . . . .	52 - 55
<b>Methode BNL-Ca-2</b> : Bepaling van calcium op- losbaar in mineraal zuur . . . . .	56 - 66
<b>Methode BNL-Ca-3</b> : Bepaling van calcium op- losbaar in water . . . . .	67 - 70
<b>Methode BNL-Ca-4</b> : Bepaling van calcium en/ of magnesium in zuurbindende vorm, uitge- drukt als calciumcarbonaat . . . . .	71 - 77
<b>Methode BNL-Ca-5</b> : Bepaling van het basen- equivalent . . . . .	78 - 83
<b>HOOFDSTUK V</b> : Bepaling van zwavel en natrium . . . . .	84 - 92
<b>Methode BNL-S-1</b> : Bepaling van zwavelzuur- anhydride oplosbaar in water . . . . .	84 - 86
<b>Methode BNL-Na-1</b> : Bepaling van natrium- oxyde oplosbaar in water . . . . .	87 - 90
<b>Methode BNL-Na-2</b> : Bepaling van natrium- oxyde oplosbaar in water in natriumnitraat .	91 - 92

	Page
<b>Méthode BNL-N-3 :</b> Détermination de l'azote présent simultanément sous diverses formes, en présence de matières organiques . . . . .	42 - 43
<b>Méthode BNL-P-1-1 :</b> Extraction du phosphore soluble dans les acides minéraux en présence de matières organiques . . . . .	44 - 45
<b>Méthode BNL-P-1-2 :</b> Extraction du phosphore soluble dans l'eau en présence de matières organiques . . . . .	46
<b>Méthode BNL-P-2 :</b> Dosage du phosphore extrait en présence de matières organiques . . . . .	46
<b>Méthode BNL-K-1 :</b> Détermination du potassium soluble dans l'eau en présence de matières organiques . . . . .	47
<b>Méthode BNL-Mg-1 :</b> Détermination du magnésium soluble dans l'eau . . . . .	48
<b>Méthode BNL-Cl-1 :</b> Détermination du chlore des chlorures en présence des matières organiques . . . . .	49 - 51
 <b>CHAPITRE IV :</b> Détermination de la valeur neutralisante, du calcium et de l'équivalent-base . . . . .	 52 - 83
<b>Méthode BNL-Ca-1 :</b> Détermination de la valeur neutralisante . . . . .	52 - 55
<b>Méthode BNL-Ca-2 :</b> Détermination du calcium soluble dans un acide minéral . . . . .	56 - 66
<b>Méthode BNL-Ca-3 :</b> Détermination du calcium soluble dans l'eau . . . . .	67 - 70
<b>Méthode BNL-Ca-4 :</b> Détermination du calcium et/ou du magnésium sous forme neutralisante et exprimée en carbonate de calcium . . . . .	71 - 77
<b>Méthode BNL-Ca-5 :</b> Détermination de l'équivalent-base . . . . .	78 - 83
 <b>CHAPITRE V :</b> Détermination du soufre et du sodium . . . . .	 84 - 92
<b>Méthode BNL-S-1 :</b> Détermination de l'anhydride sulfurique soluble dans l'eau . . . . .	84 - 86
<b>Méthode BNL-Na-1 :</b> Détermination de l'oxyde de sodium soluble dans l'eau . . . . .	87 - 90
<b>Méthode BNL-Na-2 :</b> Détermination de l'oxyde de sodium soluble dans l'eau dans le nitrate de sodium . . . . .	91 - 92

	Pag.
<b>HOOFDSTUK VI : Diverse bepalingen . . . . .</b>	<b>93 - 133</b>
1ste reeks methoden : BNL-Div-1 tot BNL-Div-4	93 - 109
Methode BNL-Div-1 : Bepaling van organische stof . . . . .	93 - 95
Methode BNL-Div-2 : Bepaling van vocht . . . . .	96 - 100
Methode BNL-Div-3 : Bepaling van de fijnheid in de produkten, waarvoor geen E.E.G-methode is vastgesteld of van de korrelgrootte . . . . .	101 - 103
Methode BNL-Div-4 : Bepaling van kooldioxyde	104 - 109
2de reeks methoden : Onderzoek van veen, turfstrooisel en tuinturf . . . . .	110 - 133
Methode BNL-Div-5-a : Bepaling van vocht van veen, turfstrooisel en tuinturf . . . . .	110 - 113
Methode BNL-Div-5-b : Bepaling van de organische stof van veen, turfstrooisel en tuinturf . . . . .	114 - 115
Methode BNL-Div-5-c : Bepaling van de verteringsgraad van veen, turfstrooisel en tuinturf . . . . .	116 - 117
Methode BNL-Div-5-d-e-f : Bepaling van de pH, gloeirest van het waterextract en chloor van veen, turfstrooisel en tuinturf . . . . .	118 - 124
Methode BNL-Div-5-g : Bepaling van de watercapaciteit van veen, turfstrooisel en tuinturf . . . . .	125 - 133

	Page
<b>CHAPITRE VI : Déterminations diverses . . . . .</b>	93 - 133
<b>1ère série de méthodes : BNL-Div-1 à BNL-Div-4</b>	93 - 109
<b>Méthode BNL-Div-1 : Détermination des matières organiques . . . . .</b>	93 - 95
<b>Méthode BNL-Div-2 : Détermination de l'humidité . . . . .</b>	96 - 100
<b>Méthode BNL-Div-3 : Détermination de la finesse de mouture des produits pour lesquels aucune méthode C.E.E. n'a été prévue ou du calibrage . . . . .</b>	101 - 103
<b>Méthode BNL-Div-4 : Détermination du dioxyde de carbone . . . . .</b>	104 - 109
<b>2ème série de méthodes : Analyse de la terre tourbières, litière de tourbe et tourbe horticole</b>	110 - 133
<b>Méthode BNL-Div-5-a : Détermination de l'humidité dans la terre de tourbières, la litière de tourbe et la tourbe horticole . . . . .</b>	110 - 113
<b>Méthode BNL-Div-5-b : Détermination des matières organiques de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole .</b>	114 - 115
<b>Méthode BNL-Div-5-c : Détermination du degré de décomposition de la terre de tourbières, la litière de tourbe et la tourbe horticole . . . .</b>	116 - 117
<b>Méthode BNL-Div-5-d-e-f : Détermination du pH, du résidu de calcination de l'extrait aqueux, du chlore de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole . . . . .</b>	118 - 124
<b>Méthode BNL-Div-5-g : Détermination de la capacité d'absorption d'eau de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole . . . . .</b>	125 - 133

REGLEMENT

INZAKE DE METHODEN VAN ONDERZOEK VOOR MESTSTOFFEN,  
KALKMESTSTOFFEN, ORGANISCHE BODEMVERBETERENDE  
MIDDELEN EN AANVERWANTE WAREN

o o o

REGLEMENT

CONCERNANT LES METHODES D'ANALYSE DES ENGRAIS,  
ENGRAIS CALCAIRES, AMENDEMENTS ORGANIQUES DU  
SOL ET MARCHANDISES CONNEXES

HOOFDSTUK I : BEREIDING VAN HET MONSTER, BESTEMD VOOR DE ANALYSE

1. Doel

Dit voorschrift beschrijft de methode voor het bereiden van het analysemonster uit het eindmonster, bestemd voor de analyse. Het is niet toepasbaar bij de Benelux-bepalingen N-7, Ca3B, Div-2, Div-4 en Div-5. Hiervoor wordt voor elk produkt verwezen naar de desbetreffende methode.

2. Beginsel

De bereiding van het analysemonster uit het eindmonster, ontvangen op het laboratorium is een opeenvolging van bewerkingen; meestal zeven, fijnmalen en homogeniseren, zodanig uitgevoerd dat :

- enerzijds de kleinste afgewogen hoeveelheden, voorgeschreven in de analysemethoden, representatief zijn voor het eindmonster,
- anderzijds de oplosbaarheden in de verschillende extractievloeistoffen niet merkbaar worden beïnvloed door het fijnmaken.

3. Apparatuur

- Monsterverdeler (facultatief)
- Zeven met maaswijdten van 0,2 en 0,5 mm.
- Flessen van 250 ml, die hermetisch afgesloten kunnen worden
- Porcelein mortier met stamper of laboratoriummolen.

4. Keuze van de uit te voeren behandeling

Opmerking vooraf : indien een produkt zich ertoe leent, behoeft slechts een representatief gedeelte van het eindmonster te worden bewaard.

4.1. Eindmonster, die niet mogen worden fijngemaakt.

Kalkalpeter, kalkmagnesiualpeter, natronalpeter, chilialpeter, kalkstikstof, nitraathoudende kalkstikstof, ammoniumsulfaat, ammoniumnitraat met meer dan 30 % N, ureum, thomasslakkenmeel, gedeeltelijk ontoloten natuurfosfaat, dubbelkalkfosfaat, gloeifosfaat, aluminiumcalciumfosfaat, zacht natuurfosfaat.

4.2. Eindmonsters die gesplitst moeten worden en waarvan één deel fijngemaakt moet worden.

Het betreft hier produkten, waarin bepaalde bepalingen verricht moeten worden zonder voorafgaand fijnmaken (bv. fijnheid) en andere bepalingen na fijnmaken.

Zij bevatten o.a. alle mengaestoffen, waarvan de fosfaatbron bestaat uit : thomasslakkenmeel, aluminiumcalciumfosfaat, gloeifosfaat, zacht natuurfosfaat en gedeeltelijk ontoloten natuurfosfaat.

Deel hiertoe het voor het laboratorium bestemde monster in twee zo identiek mogelijke delen met behulp van de monsterverdeler of volgens de methode van verdelen in kwartieren.



**CHAPITRE I : PREPARATION DE L'ECHANTILLON EN VUE DE L'ANALYSE****1. Objet**

Le présent document a pour objet de fixer une méthode de préparation de l'échantillon destiné à l'analyse, à partir de l'échantillon final. Il n'est pas applicable aux méthodes Benelux suivantes : N-7, Ca3B, Div-2, Div-4 et Div-5, pour lesquelles il y a lieu de se référer aux prescriptions particulières qui sont d'application pour chacun des produits à examiner.

**2. Principe**

La préparation d'un échantillon destiné à l'analyse à partir de l'échantillon final reçu au laboratoire est une suite d'opérations, le plus souvent tamisages, broyages et homogénéisation, à conduire de telle sorte que :

- d'une part, la plus petite pesée prévue par les méthodes d'analyse soit représentative de l'échantillon final.
- d'autre part, la finesse de l'engrais ne puisse avoir été modifiée par la préparation au point d'en affecter sensiblement les solubilités dans les différents réactifs d'extraction.

**3. Appareillage**

- Diviseur d'échantillon (facultatif)
- Tamis d'ouverture 0,2 mm, 0,5 mm
- Flacons de 250 ml pouvant fermer hermétiquement
- Mortier avec pilon en porcelaine ou broyeur.

**4. Choix du traitement à effectuer**

Remarque préalable : si le produit s'y prête, on peut ne conserver qu'une partie représentative de l'échantillon final.

**4.1. Echantillons finals ne pouvant pas être broyés.**

Nitrate de calcium, nitrate de calcium et de magnésium, nitrate de sodium, nitrate du Chili, cyanamide calcique, cyanamido calcique nitraté, sulfate d'ammoniaque, nitrates d'ammonium supérieurs à 30 % N, urée, scories de déphosphoration, phosphate naturel partiellement solubilisé, phosphate précipité bicalcique dihydraté, phosphate désagrégé, phosphate aluminocalcique, phosphate naturel tendre.

**4.2. Echantillons finals devant être divisés et dont une partie doit être broyée :**

Il s'agit des produits pour lesquels on effectue certaines déterminations sans broyage préalable (finesse de mouture par exemple) et d'autres déterminations après broyage. Ils comprennent entre autres tous les engrais composés contenant comme composants phosphatés : scories Thomas, phosphate aluminocalcique, phosphate désagrégé, phosphate naturel tendre et phosphate naturel partiellement solubilisé.

A cet effet, séparer à l'aide d'un diviseur ou par la méthode des quartiers l'échantillon final en deux fractions aussi identiques que possible.

**4.3. Eindmonsters, waarin alle bepalingen in het fijngemaakte monster verricht moeten worden.**

Hierbij behoeft slechts een representatief gedeelte van het eindmonster fijngemaakt te worden. Het betreft hier alle andere meststoffen van de lijst, niet genoemd onder punt 4.1. of punt 4.2.

**5. Uitvoering**

Zeef het gedeelte van het eindmonster, bedoeld onder 4.2. en 4.3. snel door een zeef met maaswijdte van 0,5 mm. Maak hetgeen op de zeef achterblijft in korte tijd fijn omgen fijner produkt te krijgen dan strikt nodig is, en zeef dit dan af. Dit fijnmaken moet zodanig geschieden, dat het analysemateriaal niet noemenswaardig warmer wordt. Herhaal de bewerkingen zoveel maal als nodig is, om allen door de zeef te doen gaan. Voer alle handelingen zo snel mogelijk uit, teneinde verlies of opname van bestanddelen (water, ammoniak, enz.) te voorkomen.

Breng het fijngemaakte en gezeefde materiaal in zijn geheel in een schone fles en sluit deze hermetisch.

Voordat iets afgewogen wordt voor een analyse moet het gehele monster zorgvuldig worden gehomogeniseerd.

**6. Bijzondere gevallen**

**a) Meststoffen die zich moeilijk laten mengen zoals meststoffen met twee soorten kristallen**

Deze meststoffen ontmengen dikwijls snel. Zij moeten daarom zodanig fijngemaakt worden, dat zij een zeef met maaswijdte van 0,2 mm geheel kunnen passeren. Voorbeeld : mengsel van ammoniumfosfaat en kalisalpeteer. In deze gevallen verdient het ook aanbeveling het gehele eindmonster fijn te maken.

**b) Zeefrest die moeilijk fijn te maken is en die geen waardegevende bestanddelen bevat**

Weeg het residu, verwijder het en breng op de analyseresultaten de hiervoor berekende correctie aan.

**c) Produkten die door warmte kunnen ontleden**

Het fijnmaken moet zodanig geschieden, dat elke warmte-ontwikkeling wordt vermeden. In zulke gevallen verdient het aanbeveling fijn te maken met behulp van een mortier. Voorbeeld : mengsel meststoffen, die calciumcyanamide of ureum bevatten.

**d) Abnormaal vochtige produkten of produkten die bij het fijnmaken gaan kleven**

Om zeker te zijn van een bepaalde mate van homogeniteit dient men een zeef te kiezen met de minimale maaswijdte, waardoor brokstukken onder druk met de hand of met een stamper nog passeren. Dit kan het geval zijn bij mengsels waarvan bepaalde bestanddelen kristalwater bevatten.

4.3. Echantillons finals dont les déterminations sont toutes à effectuer sur un produit broyé.

Le broyage peut ne porter que sur une partie représentative de l'échantillon final. Il s'agit de tous les autres engrais de la liste ne figurant pas aux points 4.1. et 4.2.

5. Mode opératoire

La partie d'échantillon final visée aux points 4.2. et 4.3. est tamisée rapidement sur un tamis de 0,5 mm d'ouverture de maille. Le refus est broyé sommairement de manière à obtenir un produit contenant le moins possible de parties fines, et tamisé. Le broyage doit être effectué dans des conditions telles qu'il ne se produise pas d'échauffement notable de la matière. On recommencera l'opération autant de fois qu'il sera nécessaire jusqu'à absence complète de refus. Il faut opérer le plus rapidement possible pour éviter tout gain ou perte de substance (eau, ammoniac).

La totalité du produit broyé et tamisé est introduite dans un flacon propre et fermé hermétiquement.

Avant toute pesée pour analyse, la totalité de l'échantillon doit être soigneusement homogénéisée.

6. Cas particuliers

a) Engrais difficilement miscibles tels que les engrais comportant deux catégories de cristaux

Dans ce cas, il se produit souvent un classement. On doit donc absolument broyer pour faire passer l'échantillon au tamis de 0,200 mm d'ouverture de maille. Exemple : mélange du phosphato d'ammonium et du nitrate de potassium. Il est recommandé pour ces produits de broyer la totalité de l'échantillon final.

b) Refus difficilement broyable ne contenant pas d'éléments fertilisants

Peser le refus et tenir compte de sa masse dans le calcul du résultat final.

c) Produits pouvant se décomposer à la chaleur

Le broyage doit être conduit de manière à éviter tout échauffement. Il est préférable dans ce cas de broyer au mortier. Par exemple : engrais composés contenant de la cyanamide calcique ou de l'urée.

d) Produits normalement humides ou rendus pâteux par broyage

Pour assurer une certaine homogénéité, on choisira le tamis d'ouverture minimum compatible avec une destruction des agglomérats à la main ou au pilon. Ce peut être le cas de mélanges dont certains constituants contiennent de l'eau de cristallisation.

- e) Produkten met een dermate hoog vochtgehalte, dat fijnmaken, zeven en/of verdelen niet goed mogelijk zijn.

Teneinde bovenbedoelde bewerking te kunnen uitvoeren dient het monster te worden voorgedroogd volgens methode BNL-Div O2 b 2 en BNL-Div O2 b 3. Een eventuele voordroging voor het fijnmaken mag enkel worden uitgevoerd, indien er geen gevaar bestaat voor verliezen aan de te bepalen bestanddelen.

- f) Produkten die aanzienlijke hoeveelheden organische stoffen bevatten en niet zo fijn kunnen gemaakt worden dat ze door de zeef met maaswijdte van 0,5 mm kunnen passeren. In dit geval wordt een zeef met iets grotere maaswijdte genomen.

- e) Produits dont la teneur en humidité est si élevée qu'ils ne se prêtent pas au broyage, au tamisage ou à la division

Afin de pouvoir effectuer les opérations susvisées, le séchage préalable de l'échantillon doit être effectué selon la méthode BNL-Div 02 b 2 et BNL-Div 02 b 3. Le séchage ne peut être effectué avant le broyage que s'il n'y a pas de danger de pertes en constituants à déterminer.

- f) Produits renfermant des quantités élevées de matières organiques et qui ne peuvent être broyés assez finement pour passer à travers le tamis à mailles de 0,5 mm. En pareil cas, on utilise un tamis à mailles un peu plus grandes.

HOOPDSTUK II : BEPALING VAN STIKSTOF, FOSFOR, KALKIUM, NAGESIUM, CHLOOR  
EN DE RIJNHEID IN AFWEZIGHEID VAN ORGANISCHE STOF

De volgende bepalingen in meststoffen die geen organische stof bevatten worden verricht volgens de methoden die onschreven zijn in de Richtlijn van de E.E.G.-Commissie van 22 juni 1977 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de lidstaten inzake bemonsterings- en analysemethoden voor meststoffen (77/535/EEG).

Referentie Richtlijn  
E.E.G.

Stikstof

- Bepaling van ammoniumstikstof EEG 2.1
- Bepaling van nitraat- en ammoniumstikstof : EEG 2.2
  - volgens Ulsch EEG 2.2.1
  - volgens Arnd EEG 2.2.2
  - volgens Devarda EEG 2.2.3
- Bepaling van stikstoftotaal EEG 2.3
  - in nitraatvrije kalkstikstof EEG 2.3.1
  - in nitraathoudende kalkstikstof EEG 2.3.2
  - in ureum EEG 2.3.3
- Bepaling van cyanamidestikstof EEG 2.4
- Bepaling van biureet in ureum EEG 2.5
- Bepaling van de gehalten aan stikstof in verschillende bindingsvormen, indien zij naast elkaar voorkomen : EEG 2.6
  - in meststoffen die nitraatstikstof, ammoniumstikstof, ureumstikstof en cyanamidestikstof bevatten EEG 2.6.1
  - in meststoffen die nitraatstikstof, ammoniumstikstof en ureumstikstof bevatten EEG 2.6.2

Fosfor

- Extractie EEG 3.1
  - door mineraalzuur EEG 3.1.1
  - door 2 % mieraanzuur EEG 3.1.2
  - door 2 % citroenzuur EEG 3.1.3
  - door neutraal ammoniumcitraat EEG 3.1.4
  - door alkalisch ammoniumcitraat EEG 3.1.5
    - . volgens Petermann bij 65° C EEG 3.1.5.1
    - . volgens Petermann bij kamertemperatuur EEG 3.1.5.2
    - . volgens Joulie EEG 3.1.5.3
  - door water EEG 3.1.6
- Bepaling van fosfor in extracten EEG 3.2

CHAPITRE II : DETERMINATION DE L'AZOTE, DU PHOSPHORE, DU POTASSIUM,  
DU MAGNESIUM, DU CHLORE ET DE LA FIBRE DE SODIUM EN  
L'ABSENCE DE MATIERES ORGANIQUES

Les déterminations suivantes des engrais qui ne contiennent pas de matières organiques, s'effectuent suivant les méthodes décrites dans la Directive de la Commission des C.E. du 22 juin 1977 concernant le rapprochement des législations des Etats membres relatives aux méthodes d'échantillonnage et d'analyse des engrais (77/535/CEE).

Référence Directive  
C.E.E.

Azote

- Détermination de l'azote ammoniacal. CEE 2.1
- Détermination de l'azote nitrique et ammoniacal CEE 2.2
  - selon Ulsch CEE 2.2.1
  - selon Arnd CEE 2.2.2
  - selon Devarda CEE 2.2.3
- Détermination de l'azote total CEE 2.3
  - dans la cyanamide calcique exempte de nitrate CEE 2.3.1
  - dans la cyanamide calcique nitraté CEE 2.3.2
  - dans l'urée CEE 2.3.3
- Détermination de l'azote cyanamidé CEE 2.4
- Détermination du biuret dans l'urée CEE 2.5
- Détermination des teneurs des différentes formes d'azote en présence les unes des autres : CEE 2.6
  - dans les engrais contenant l'azote sous forme nitrique, ammoniacale, uréique et cyanamidique CEE 2.6.1
  - dans les engrais ne contenant l'azote que sous forme nitrique, ammoniacale et uréique CEE 2.6.2

Phosphore

- Extractions CEE 3.1
  - par les acides minéraux CEE 3.1.1
  - par l'acide formique à 2 % CEE 3.1.2
  - par l'acide citrique à 2 % CEE 3.1.3
  - par le citrate d'ammonium neutre CEE 3.1.4
  - par le citrate d'ammonium alcalin CEE 3.1.5
    - . selon Petermann, à 65° C CEE 3.1.5.1
    - . selon Petermann, à la température ambiante CEE 3.1.5.2
    - . selon Joulie CEE 3.1.5.3
  - par l'eau CEE 3.1.6
- Dosage du phosphore extrait CEE 3.2

Kalium

- Bepaling van kalium oplosbaar in water EEC 4.1

Magnesium

- Bepaling van magnesium oplosbaar in water in E.C.- meststoffen en in alle andere produkten waarin een waarborg voor magnesium, oplosbaar in water, is voorzien EEC 5.1

Chloor

- Bepaling van chloor van chloriden EEC 6.1

Fijnheid

- Bepaling van de fijnheid volgens de droge methode EEC 7.1
- Bepaling van de fijnheid van zacht natuurfosfaat EEC 7.2



Potassium

- Détermination du potassium soluble dans l'eau CEE 4.1

Magnésium

- Détermination du magnésium soluble dans l'eau dans les engrais C.E.E. et dans tous les autres produits pour lesquels une garantie en magnésium soluble dans l'eau est prévue CEE 5.1

Chlore

- Détermination du chlore des chlorures CEE 6.1

Finesse de mouture

- Détermination de la finesse de mouture à sec CEE 7.1
- Détermination de la finesse de mouture des phosphates naturels tendres CEE 7.2

HOOFDSTUK III : BEPALING VAN STIKSTOF,  
IJZER, ZILVER, MAGNESIUM, CHLOOR BIJ  
AANWEZIGHEID VAN ORGANISCHE STOF

Methode BNI-N-1 : Bepaling van stikstof-  
totaal bij afwezigheid van nitraten en  
in aanwezigheid van organische stof

1. Principe

De aanwezige organische stikstof  
wordt omgevoerd tot ammoniumstik-  
stof (principe van Kjeldahl). De  
ammoniumstikstof wordt door middel  
van natronloog uitgedreven, over-  
gedestilleerd en in een bekende,  
meer dan voldoende hoeveelheid ge-  
steld zwavelzuur opgevangen. De  
overmaat zuur wordt teruggetitreerd  
met loog van bepaalde normaliteit.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren, opgenomen in de  
bijlage van de reglementering,  
waarin organisch gebonden stikstof  
aanwezig is, met uitzondering van  
die, welke daarnaast stikstof in  
nitraatvorm bevatten.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

Apparatuur als beschreven bij  
methode E.R.G. 2.3.1.

5. Reagentia

(1) Zwavelzuur (d = 1,84) p.a.

(2) Kaliumsulfaat p.a.

(3) Kopersoxide of kopersulfaat

$CuSO_4 \cdot 5 H_2O$  p.a.

(4) Kwik of kwikoxide p.a.

CHAPITRE III : DETERMINATION DE  
L'AZOTE, DU MONTROPE, DU POTASSIUM,  
DU MAGNESIUM, DU CHLORURE EN PRESENCE  
DE MATIERES ORGANIQUES

Méthode BNI-N-1 : Détermination de  
l'azote total en l'absence de nitrates  
et en présence de matières organiques

1. Principe

L'azote organique présent est trans-  
formé en azote ammoniacal (principe  
de Kjeldahl). L'azote ammoniacal est  
déplacé au moyen d'hydroxyde de  
sodium, distillé et recueilli dans  
une quantité connue d'une solution  
titrée d'acide sulfurique en excès.  
L'excès d'acide est titré avec une  
solution d'hydroxyde de sodium de  
normalité déterminée.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises, figurant  
à l'annexe de la réglementation,  
contenant de l'azote sous forme or-  
ganique, à l'exclusion de celles  
qui contiennent en plus de l'azote  
sous forme nitrique.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Appareillage

Appareillage prévu à la méthode  
C.E.E. 2.3.1.

5. Réactifs

(1) Acide sulfurique (d = 1,84) p.a.

(2) Sulfate de potassium p.a.

(3) Oxyde de cuivre ou sulfate de  
cuivre

$CuSO_4 \cdot 5 H_2O$  p.a.

(4) Mercurure ou oxyde de mercure p.a.

- (5) Het zoutzuur gemmaen en geplooide stukjes puimsteen.
- (6) Zinkkorrels p.a.
- (7) Natronloog 30 % (d=1,33).
- (8) Zwavelzuur 0,1 n gesteld.
- (9) Zwavelzuur 0,5 n gesteld.
- (10) Natronloog 0,1 n gesteld, vrij van carbonaten.
- (11) Natronloog 0,25 n gesteld, vrij van carbonaten.
- (12) Verdijde natriumsulfide-oplossing of kaliumsulfide-oplossing (40 g/l) of natriumthiosulfateoplossing  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (80 g/l).
- (5) Pierre ponce en grains, lavée à l'acide chlorhydrique et calcinée
- (6) Zinc en grains p.a.
- (7) Hydroxyde de sodium 30 % (d=1,33)
- (8) Liquueur titrée d'acide sulfurique 0,1 n
- (9) Liquueur titrée d'acide sulfurique 0,5 n
- (10) Liquueur titrée d'hydroxyde de sodium 0,1 n exempte de carbonates.
- (11) Liquueur titrée d'hydroxyde de sodium 0,25 n exempte de carbonates.
- (12) Solution saturée de sulfure de sodium ou de sulfure de potassium (40 g/l) ou d'hyposulfite de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (80 g/l).

(13) Indicator oplossing

I. Mengindicator

- (a) Eén g methylrood oplossen in 37 ml natriumhydroxideoplossing 0,1 n en aanvullen met water tot een liter ;
- (b) Eén g methyleenblauw oplossen in water en aanvullen tot een liter.

Zen volume van (a) en twee volumens van (b) mengen. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs in neutraal milieu en groen in alkalisch milieu. Van deze indicatoroplossing wordt 0,4 ml (10 druppels) gebruikt.

II. Methylroodindicator

0,1 g methylrood oplossen in 50 ml ethanol 95°, aanvullen met water tot 100 ml en, indien nodig, filtreren. Men mag deze indicator gebruiken in plaats van de voorgaande, waarbij men echter slechts 4 à 5 druppels nodig heeft.

(13) Solution d'indicateur

I. Indicateur mixte

- (a) Dissoudre un g de rouge de méthyle dans 37 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 n et compléter à un litre avec de l'eau ;
- (b) Dissoudre un g de bleu de méthylène dans l'eau et compléter à un litre.

Mélanger un volume de (a) et deux volumes de (b). Cet indicateur est violet en solution acide, gris en solution neutre et vert en solution alcaline. Utiliser 0,4 ml (10 gouttes) de cette solution d'indicateur.

II. Indicateur au rouge de méthyle

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 95° et compléter à 100 ml avec de l'eau ; filtrer si nécessaire. On peut utiliser cet indicateur (4 à 5 gouttes) au lieu du précédent.

5. Microscopie

a. Destructie

Breng een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid analysemateriaal die ten hoogste 200 mg stikstof bevat in een destructiekolf. Voeg toe 10 à 15 g kaliumsulfaat (reagens 2) en als katalysator, hetzij 0,3 tot 0,4 g koperoxyde (of de equivalente hoeveelheid kopersulfaat : 0,95 g tot 1,25 g - reagens 3) hetzij 0,7 g kwikoxyde (of de equivalente hoeveelheid kwik : 0,65 g - reagens 4). Toevoeging van enkele puntsateentjes is aan te bevelen. Voeg vervolgens 25 ml geconcentreerd zwavelzuur (reagens 1) toe en meng door voorzichtig omzwenken. Verhit eerst matig onder af en toe omzwenken, totdat verkooling heeft plaatsgevonden en schuimvorming niet meer optreedt ; verhit daarna sterker tot de vloeistof gelijkmatig kookt. Verhit nog een uur na het helder worden van de vloeistof (heldergroen, indien koper als katalysator gebruikt is). Let er op, dat geen organische stof aan de wand van de kolf gaat vastzitten en dring er zorg voor dat de wand van de kolf niet overhit wordt.

b. Destillatie van ammoniak

Laat vervolgens de kolf met inhoud afkoelen. Voeg dan voorzichtig ongeveer 300 ml gedestilleerd water toe. Wacht daarna tot de sulfaten opgelost zijn. Laat afkoelen. Voeg enkele zinkkorrels of enkele stukjes puntsaten toe. Verbind, indien een trechter met afsluitkraan gebruikt wordt, de destillatiekolf met de koeler. Het uitelende van de koeler (in dien nodig, met een passend verlengstuk) dient gedurende het eerste kwartier tenminste 1 cm in het voorgeslede zwavelzuur waarvan de indicator (reagens 13) is toegevoegd, ondergedompeld te zijn. (zie c). Voeg voorzichtig een de afgekoelde zure oplossing voldoende natronloog 30 % (reagens 7) toe om de vloeistof sterk alkalisch te maken ; in het algemeen is 120 ml voldoende (met enkele druppels fenolftaleïne kan men een controle toepassen ; de vloeistof in de kolf dient ook na beëindiging van de destillatie duidelijk alkalisch te zijn).

6. Technique analytique

a. Attaque

Introduire dans un ballon d'attaque une prise d'essai de l'échantillon préparé, pesée à 1 mg près, contenant au maximum 250 mg d'azote. Ajouter 10 à 15 g de sulfate de potassium (réactif 2) et comme catalyseur, soit 0,3 à 0,4 g d'oxyde de cuivre (ou la quantité équivalente de sulfate de cuivre : 0,95 g à 1,25 g - réactif 3), soit 0,7 g d'oxyde de mercure (ou la quantité équivalente de mercure : 0,65 g - réactif 4). Il est recommandé d'ajouter quelques fragments de pierre ponce. Ajouter ensuite 25 ml d'acide sulfurique concentré (réactif 1) et mélanger en faisant tourner prudemment le ballon. Chauffer d'abord modérément en agitant de temps à autre jusqu'à ce que la matière soit carbonisée et qu'il n'y ait plus de formation de mousse ; chauffer ensuite plus fort jusqu'à ébullition uniforme du liquide. Continuer à chauffer encore une heure après que le liquide est devenu limpide (vert clair, lorsque le cuivre a été utilisé comme catalyseur). Eviter toute adhérence de matière organique aux parois du ballon. Eviter également de surchauffer ses parois.

b. Distillation de l'ammoniaque

Ensuite laisser refroidir le ballon avec son contenu. Ajouter prudemment environ 300 ml d'eau distillée. Attendre jusqu'à dissolution des sulfates. Laisser refroidir. Ajouter quelques grains de zinc, ou quelques fragments de pierre ponce. Lorsqu'on utilise l'entonnoir muni d'un robinet, raccorder le ballon à distiller au réfrigérant. L'extrémité du réfrigérant (muni si nécessaire d'une allonge adéquate) doit, pendant le premier quart d'heure, se trouver au moins à 1 cm en dessous du niveau de l'acide sulfurique utilisé auquel on a ajouté l'indicateur (réactif 13) (voir c). Ajouter prudemment à la solution acide refroidie suffisamment de solution d'hydroxyde de sodium 30 % (réactif 7) pour alcaliniser fortement le liquide : 120 ml suffisent généralement (un contrôle peut être effectué avec quelques gouttes de phénolftaléine ; le liquide se trouvant dans le ballon doit encore être nettement alcalin lorsque la distillation est terminée).

Indien men geen trechter met afsluitkraan gebruikt, voegt men aan de zure oplossing onmiddellijk vóór men de kolf aan de koeler aansluit voorzichtig de natronloogoplossing (reagens 7) toe, zodanig dat zoveel mogelijk vermieden wordt dat de onderste alkalische laag vermengd wordt met de bovenste zure laag.

Indien kwik (of kwikoxyde) als katalysator is gebruikt moet bovendien 10 ml verzadigde natriumsulfide-oplossing (reagens 12) toegevoegd worden. Men kan in plaats van een verzadigde natriumsulfide oplossing ook 25 ml kaliumsulfide oplossing (40 g/l) of 25 ml natriumthiosulfaat oplossing (80 g/l) gebruiken (reagentia 12).

Verhit de kolf zodanig dat na een half uur ongeveer 150 ml gedestilleerd wordt. Controleer dan met een rood lakmoespapierje of nog ammoniak overdestilleert.

Indien de overdestillerende vloeistof nog alkalisch reageert, dient men de destillatie voort te zetten tot nogmaals ongeveer 50 ml vloeistof verkregen is; men beëindigt de destillatie als de overdestillerende vloeistof neutraal reageert t.o.v. rood lakmoespapier.

c. Titratie van de overmaat zuur

Om de ammoniak te binden wordt 25 ml zwavelzuur 0,1 n (reagens 8) (bij stikstofarme produkten) of 25 ml 0,5 n zwavelzuur (reagens 9) (bij stikstofrijke produkten; in uitzonderingsgevallen b.v. ureum 35 ml 0,5 n zwavelzuur) voorgelegd. Bij produkten die zeer weinig stikstof bevatten wordt een geringere hoeveelheid voorgelegd, b.v. 10 of 15 ml, 0,1 n welke daarna aangevuld wordt met gedestilleerd water tot 25 ml. De overmaat zwavelzuur wordt met behulp van natronloog 0,1 n resp. 0,25 n (reagentia 10 en 11) - al naar gelang de normaliteit van het zwavelzuur: 0,1 n resp. 0,5 n - teruggetitreerd, totdat de kleur duidelijk geel is indien indicator II is toegepast en tot grijs (overgang tussen violet en groen) indien indicator I werd toegepast.

Si on n'utilise pas l'entonnoir à robinet, on introduit la solution acide (réactif 7) dans le ballon immédiatement avant de raccorder celui-ci au réfrigérant; en introduisant cette solution dans le ballon, on évite autant que possible de mélanger celle-ci avec l'acide.

Si on a utilisé du mercure (ou de l'oxyde de mercure) comme catalyseur, ajouter également 10 ml de solution saturée de sulfure de sodium (réactif 12). On peut utiliser en remplacement de la solution saturée de sulfure de sodium, 25 ml de solution de sulfure de potassium (40 g/l) ou 25 ml de solution de thiosulfate de sodium (80 g/l) (réactif 12).

Chauffer le ballon de façon à obtenir en une demi-heure, environ 150 ml de distillat. Contrôler ensuite avec un papier tournesol rouge si de l'ammoniac passe encore dans le distillat.

Si le liquide distillé est alcalin, poursuivre la distillation jusqu'à obtention d'une quantité supplémentaire de 50 ml de liquide; la distillation est arrêtée lorsque le liquide qui distille donne une réaction neutre vis-à-vis du papier tournesol rouge.

c. Titration de l'excès d'acide

Pour fixer l'ammoniac, on introduit dans le vase dans lequel on recueille le distillat, 25 ml d'acide sulfurique 0,1n (réactif 8) (pour les produits pauvres en azote) ou 25 ml d'acide sulfurique 0,5 n (réactif 9) (pour les produits riches en azote; dans des cas exceptionnels, p.e., pour l'urée: 35 ml d'acide sulfurique 0,5 n). Pour les produits contenant très peu d'azote, introduire dans le flacon une quantité inférieure d'acide p.e. 10 ou 15 ml, 0,1 n qui est complétée ensuite avec de l'eau distillée jusqu'à 25 ml. L'excès d'acide est titré en retour à l'aide d'hydroxyde de sodium 0,1 ou 0,25 n (réactifs 10 et 11) selon la normalité de l'acide sulfurique: 0,1 n ou 0,5 n jusqu'à obtention d'une coloration franchement jaune lorsque l'indicateur II a été utilisé et grise (couleur de transition entre violet et vert) lorsque l'indicateur I a été utilisé (réactif 13).

7. Controles

1. Voer onder dezelfde omstandigheden een blanco-bepaling uit en breng een eventueel gevonden correctie in rekening bij de berekening van het eindresultaat (controle op de reagentia).
2. Voer ter controle van de gehele methode inclusief de destructie de bepaling uit met 1 g acetanilide p.a.  
Het theoretisch stikstofgehalte hiervan bedraagt : 10,36 %.

7. Vérifications

1. Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions et tenir compte de la correction éventuellement constatée dans le calcul du résultat final (contrôle des réactifs).
2. Effectuer en vue du contrôle de la méthode entière, y compris l'attaque, une détermination sur 1 g d'acétanilide p.a.  
La teneur théorique en azote de ce composé est de : 10,36 %.

Methode BNI-N-2 : Bepaling van ammoniumstikstof bij aanwezigheid van organische stof

Méthode BNI-N-2 : Détermination de l'azote ammoniacal en présence de matières organiques

1. Principe

Het analysemateriaal wordt met water gereïceerd. De verkregen oplossing wordt met trichlooraazijnzuur geklaard en daarna gefiltreerd. Naargelang de samenstelling van het monster (zie toepassingsgebied) wordt in het filtraat de ammoniumstikstof bepaald, volgens de methode A, B of C.

1. Principe

La prise d'essai est agitée au solvant avec de l'eau. La solution obtenue est défilée au moyen d'acide trichloroacétique et filtrée. Selon la composition de l'échantillon (voir domaine d'application), l'azote est dosé dans le filtrat d'après une des trois méthodes de dosage A, B ou C.

Methode A

De ammoniak wordt volgens de microdiffusie-methode van Conway met kaliumcarbonaat uitgedreven, opgevangen in een boorzauroplossing en getitreerd met zwavelzuur van bekende normaliteit.

Méthode A

L'ammoniac est déplacé au moyen de carbonate de potassium selon la méthode de microdiffusion de Conway, recueilli dans une solution d'acide borique et titré avec de l'acide sulfurique de normalité connue.

Methode B

De ammoniak wordt door middel van magnesiumoxide uitgedreven, overgedestilleerd en opgevangen in een bekende en naar dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur. De overmaat wordt getitreerd met natriumhydroxide oplossing van bekende normaliteit.

Méthode B

L'ammoniac est déplacé au moyen d'oxyde de magnésium, distillé et recueilli dans une quantité connue d'une solution titrée d'acide sulfurique en excès. L'excès d'acide est titré avec une solution d'hydroxyde de sodium de normalité connue.

Methode C

De ammoniak wordt door middel van magnesiumoxide uitgedreven, overgedestilleerd, door middel van stookdestillatie onder verminderde druk en opgevangen in een bekende en naar dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur. De overmaat wordt getitreerd met natriumhydroxide oplossing van bekende normaliteit.

Méthode C

L'ammoniac est déplacé au moyen d'oxyde de magnésium, distillé par entraînement à la vapeur d'eau sous pression réduite et recueilli dans une quantité connue et en excès de solution titrée d'acide sulfurique. L'excès d'acide est titré avec une solution d'hydroxyde de sodium de normalité connue.

2. Toepassingsgebied

Methode A is toepasbaar voor alle neststoffen die organische stof bevatten en opgenomen zijn in de bijlage bij de reglementering en welke minder dan 3% ammoniumstikstof bevatten.

2. Domaine d'application

La méthode A est applicable à tous les engrais, contenant des matières organiques et repris à l'annexe de la réglementation, qui renferment moins de 3% d'azote ammoniacal.

Methode B is toepasbaar voor alle neststoffen die organische stof bevatten en opgenomen zijn in de bijlage bij de reglementering, met uitzondering van die, welke ureumstikstof bevatten.

La méthode B est applicable à tous les engrais, contenant des matières organiques et repris à l'annexe de la réglementation à l'exclusion des produits, qui renferment de l'azote uréique.

Methode C is toepasbaar voor alle meststoffen die organische stof bevatten en opgenomen zijn in de bijlage bij de reglementering en die meer dan 1 % ammoniumstikstof bevatten.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

1. Apparatuur

Methode A, B en C.

Roteerapparaat met 35-40 omwentelingen per minuut.

Methode A.

Conway-schalen van glas of plastic met deksel; doorsnede van de binnenring 35 mm, doorsnede van de buitenring 60 mm.

Microburet

Micropipetten van 1 ml.

Methode B.

Destillatietoestel als beschreven bij de methode E.E.C. 2.1.

Methode C.

Destillatietoestel voor stoomdestillatie onder verminderde druk, bestaande uit (zie bijgevoegd schema) :

- kolf van 500 ml met ronde bodem en voorzien van slijpstuk (1), geplaatst in een waterbad (2);
- lichtkoeler met betrekkelijk lange afvoerbuis (3);
- afzuigfles van 300 ml (4);
- manometer voor verminderde druk (6);

La méthode C est applicable à tous les engrais contenant des matières organiques et repris à l'annexe de la réglementation et contenant plus de 1 % d'azote ammoniacal.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Appareillage

Méthode A, B et C.

Agitateur rotatif (culbuteur) 35A40 tours par minute.

Méthode A.

Capsules de Conway en verre ou en plastique avec couvercle; diamètre de l'anneau intérieur 35 mm, diamètre de l'anneau extérieur 60 mm.

Microburette.

Micropipettes de 1 ml.

Méthode B.

Appareil à distiller comme décrit à la méthode C.E.C. 2.1.

Méthode C

Appareil à distiller par entraînement à la vapeur d'eau sous pression réduite (voir schéma en annexe) se composant de :

- ballon de 500 ml à fond rond et à col rodé (1), plongeant dans un bain d'eau (2);
- refroidissant liebig avec tube d'écoulement assez long (3);
- fiole à vide de 300 ml (4);
- manomètre à vide - (6)

./.



- een verbindingreservoir (5), door middel van een T-vormige buis (6) verbonden met de stoomgenerator (7).

Buret met onderverdelingen van 0,05 ml.

5. Reagentia

Methode A

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxide en van elke stikstofverbinding (ammonia, nitraten, nitrieten, enz.).
- (2) Indicator : broomeresolgroen, 0,033 % + methyloord 0,066 % in ethanol 95°.
- (3) Hoorzauroplossing : los 10 g hoorzuur op in maatkolf van 1 liter met 200 ml ethanol 95° en 700 ml water. Voeg toe 10 ml indicator en meng. Neutraliseer tot zwakrode kleur (in het algemeen moet natronloog toegevoegd worden). Vul met water aan tot de streep en meng.
- (4) Verzadigde kaliumcarbonaatoplossing : 100 g  $K_2CO_3$  p.a. met 100 ml water tot koken brengen, afkoelen en filtreren.
- (5) Trichloorazijnzuur oplossing : 20 %
- (6) Ammoniumsulfaat p.a.
- (7) Zwavelzuur : 0,02 n gesteld.

Methode B

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxide en van elke stikstofverbinding.
- (2) Magnesiumoxide p.a.
- (3) Zwavelzuur 0,1 n gesteld
- (4) Natronloog 0,1 n gesteld, vrij van carbonaten.
- (5) Trichloorazijnzuur 20 %
- (6) Ammoniumsulfaat p.a.

- réservoir intermédiaire (5) relié à l'aide d'un tube en forme T (6) à une source de vapeur (7) ;

Burette graduée en 0,05 ml.

5. Réactifs

Méthode A

- (1) Eau distillée ou déminéralisée, exempte de dioxyde de carbone et de composés azotés quelconques (ammoniacal, nitrates, nitrites, etc.).
- (2) Indicateur : vert de bromocrésol 0,033 % + rouge de méthyle 0,066 % dissous dans l'éthanol à 95°.
- (3) Solution d'acide borique : dissoudre dans un ballon jaugé de un litre : 10 g d'acide borique dans 200 ml d'éthanol à 95° et 700 ml d'eau. Ajouter 10 ml d'indicateur et mélanger. Neutraliser jusqu'à obtention d'une coloration légèrement rouge (en général on doit ajouter de l'hydroxyde de sodium). Porter au volume avec de l'eau et mélanger.
- (4) Solution saturée de carbonate de potassium : porter à ébullition 100 g de  $K_2CO_3$  p.a. dans 100 ml d'eau, laisser refroidir et filtrer.
- (5) Solution d'acide trichloroacétique à 20 %
- (6) Sulfate d'ammonium p.a.
- (7) Liquueur titrée d'acide sulfurique 0,02 n.

Méthode B

- (1) Eau distillée ou déminéralisée : exempte de dioxyde de carbone et de composés azotés quelconques.
- (2) Oxyde magnésium p.a.
- (3) Liquueur titrée d'acide sulfurique 0,1 n.
- (4) Liquueur titrée d'hydroxyde de sodium 0,1 exempte de carbonates.
- (5) Acide trichloroacétique 20 %
- (6) Sulfate d'ammonium p.a.

(7) Indicatoroplossing

I. Roodindicator.

(a) 66n g methylrood oplossen in 37 ml natriumhydroxideoplossing 0,1 n en met water aanvullen tot 66n liter.

(b) 66n g methyleenblauw oplossen in water en aanvullen tot 66n liter.

1 volume van (a) en 2 volumen van (b) mengen. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs in neutraal milieu en groen in alkalisch milieu. Van deze indicatoroplossing wordt 0,4 ml (10 druppels) gebruikt.

II. Methylroodindicator.

0,1 g methylrood oplossen in 50 ml ethanol 95°, aanvullen met water tot 100 ml en, indien nodig, filteren. Men mag deze indicator gebruiken in plaats van de voorgaande waarbij men echter slechts 4 à 5 druppels nodig heeft.

(8) Antischuimmiddel

Methode C

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxyde en van elke stikstofverbinding (ammonia, nitraten, nitrieten, enz.).
- (2) Poedervormig magnesiumoxyde p.a.
- (3) Gesteld zwavelzuur (0,1 n : 0,25 n ; 0,5 n).
- (4) Gestelde natriumhydroxideoplossing (0,1 n ; 0,25 n).
- (5) Trichloorazijnzuuroplossing 20 %.
- (6) Ammoniumsulfaat p.a.
- (7) Ureum p.a.
- (8) Antischuimmiddel
- (9) Methylroodindicator : 66n g methylrood oplossen in 37 ml natriumhydroxideoplossing 0,1 n en met water aanvullen tot 66n liter

(7) Solutions d'indicateur

I. Indicateur rouge.

(a) Dissoudre un g de rouge de méthyle dans 37 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 n et compléter à un litre avec de l'eau.

(b) Dissoudre un g de bleu de méthylène dans de l'eau et compléter à un litre.

Mélanger 1 volume de (a) et 2 volumes de (b). Cet indicateur est violet en solution acide, gris en solution neutre et vert en solution alcaline. Utiliser 0,4 ml (10 gouttes) de cette solution d'indicateur.

II. Indicateur au rouge de méthyle.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 95°, compléter à 100 ml avec de l'eau et filtrer si nécessaire. On peut utiliser cet indicateur (4 à 5 gouttes) au lieu du précédent.

(8) Antimousse

Méthode C

- (1) Eau distillée ou déminéralisée, exempte de dioxyde de carbone et de composés azotés quelconques (ammoniaque, nitrates, nitrites etc.).
- (2) Oxyde de magnésium en poudre p.a.
- (3) Acide sulfurique titré (0,1 n ; 0,25 n ; 0,5 n).
- (4) Hydroxyde de sodium titré (0,1 n ; 0,25 n).
- (5) Solution d'acide trichloroacétique à 20 %.
- (6) Sulfate d'ammonium p.a.
- (7) Urée p.a.
- (8) Antimousse
- (9) Indicateur au rouge de méthyle : dissoudre un g de rouge de méthyle dans 37 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 n et compléter à un litre avec de l'eau.

(10) Vacuïfiet

6. Uitvoering

a. Extractie : methode A, B en C

Breng 10 g van het analyse materiaal op 1 mg nauwkeurig gewogen - in een maatkolf van 200 ml.

Voeg 100 ml water (reagens 1) toe en laat gedurende 30 minuten roteren. Voeg vervolgens 50 ml trichlooraanzijnzuur (reagens 5) toe en zwak korte tijd om. Vul de kolf met water (reagens 1) aan tot de streep, meng en filtreer door een voorfilter. Indien de methode A toegepast wordt, mag 1 ml van het eventueel verdunde filtraat ten hoogste 0,3 mg ammoniumstikstof bevatten. Indien het gehalte aan ammoniumstikstof te hoog is, dient na het filtreren, een passende tussenverduunning gemaakt te worden.

b. Bepaling van ammoniumstikstof.

Methode A.

Breng in de binnenring van de schaal volgens Conway ongeveer 1 ml boorzauroplossing (reagens 5). Plaats met de micropipet in de buitenring 1 ml van het helder filtraat. Nadat de randen voldoende zijn ingevet, de schaal nagenoeg geheel sluiten waarbij een opening gelaten wordt tegenover de plaats waar het filtraat werd toegevoegd. Breng vervolgens langs die opening in de buitenring 1 ml verzadigde kaliumcarbonaat oplossing (reagens 4) en sluit de schaal onmiddellijk geheel.

Manipuleer vervolgens voorzichtig zodanig dat de vloeistoffen in de buitenring gemengd worden. Laat vervolgens gedurende 1 uur bij 40°C of gedurende ten minste 4 uur bij kamertemperatuur staan. Neem het deksel af en titreer uit een microburet de ammonia in de boorzauroplossing met 0,02 n zwavelzuur (reagens 6).

1 ml  $H_2SO_4$  0,02 n is equivalent met 0,28 mg ammoniumstikstof.

(10) Graisse pour vide

6. Technique analytique

a. Extraction : methode A, B et C.

Introduire dans un ballon jaugé de 200 ml 10 g de matière destinée à l'analyse pesée à 1 mg près.

Ajouter 100 ml d'eau (réactif 1) et agiter au balluteur pendant trente minutes. Ajouter ensuite 50 ml d'acide trichloroacétique (réactif 5) et agiter quelques instants à la main. Porter au volume avec de l'eau (réactif 1), mélanger et filtrer sur filtre plissé. Lorsque la méthode A est appliquée 1 ml de filtrat, éventuellement dilué, ne peut pas contenir plus de 0,3 mg d'azote ammoniacal. Si le teneur, en azote ammoniacal, est trop élevée, une dilution intermédiaire appropriée doit être effectuée après la filtration.

b. Détermination de l'azote ammoniacal.

Méthode A.

Introduire dans l'anneau central de la capsule selon Conway environ 1 ml de la solution d'acide borique (réactif 5). Introduire à la micropipette dans l'anneau extérieur 1 ml de filtrat limpide. Après avoir enduit les bords avec suffisamment de graisse, couvrir presque entièrement la capsule en laissant une ouverture du côté opposé à celui de l'introduction du filtrat. Introduire ensuite par cette ouverture dans l'anneau extérieur 1 ml de la solution saturée de carbonate de potassium (réactif 4) et fermer immédiatement la capsule.

Manipuler ensuite prudemment de façon à mélanger les liquides dans l'anneau extérieur. Laisser reposer pendant 1 heure à 40° C ou pendant au moins 4 heures à la température ambiante. Lever le couvercle et titrer l'ammoniac que présente dans l'acide borique avec de l'acide sulfurique 0,02 n (réactif 6) se trouvant dans une microburette. 1 ml de  $H_2SO_4$  0,02 n équivaut à 0,28 mg d'azote ammoniacal.

Methode B

Pipetteer - afhankelijk van het te verwachten gehalte aan ammoniumstikstof - een passende hoeveelheid van het filtraat in een destillatiekolf. Verdun met water (reagens 1) tot ongeveer 200 ml en voeg 1 g magnesiumoxide (reagens 2) toe alsmede enkele druppels antischuimmiddel (reagens 8). De oplossing dient nu alkalisch te reageren (lakmoes); zo niet, dan dient meer magnesiumoxide toegevoegd te worden. Verbind de kolf onmiddellijk via een spathelm met een gekoelde afvoerbuis, waarvan het uiteinde is gedompeld in een afgeneten hoeveelheid van 25 - 50 ml zwavelzuur 0,1 n (reagens 3). Destilleer ongeveer 150 ml af en vermijd daarbij oververhitting van de wanden. Kook het distillaat 2 minuten uit, koel af en titreer de overmaat zuur met natrionloog 0,1 n (reagens 4) in aanwezigheid van de indicator (reagens 7).  
1 ml zwavelzuur 0,1 n is equivalent met 1,4 g ammoniumstikstof.

Methode C

Pipetteer - afhankelijk van het te verwachten gehalte aan ammoniumstikstof van het monster - een passende hoeveelheid (in het algemeen 50 ml) van het filtraat in de destillatiekolf van 500 ml. Verdun eventueel met water (reagens 1) tot ongeveer 100 ml.

-Pipetteer in de afzuigfles van 600 ml waarin het destillaat opgevangen wordt, 50 ml gesteld zwavelzuur (reagens 3) waarvan de normaliteit is afgestemd op de te verwachten hoeveelheid ammoniumstikstof in het monster. Voeg vervolgens 5 druppels indicatoroplossing (reagens 9) toe. Verbind door middel van een rubberse stop de afzuigfles hermetisch met de koeler, zodanig dat het uiteinde van de afvoerbuis ten minste 1 cm onder het oppervlak van het gesteld zwavelzuur steekt. Verbind de afzuigfles via een manometer voor verminderde druk met de waterstraalpompe.

Méthode B

Introduire à la pipette dans un ballon de distillation une quantité déterminée de filtrat en rapport avec la teneur présumée en azote ammoniacal. Diluer avec de l'eau jusqu'à environ 200 ml, ajouter 1 g d'oxyde de magnésium (réactif 2) et quelques gouttes de produit antimosse (réactif 8). La solution doit être alcaline (en présence de papier tournesol); si ce n'est pas le cas, ajouter plus d'oxyde de magnésium. Relier immédiatement le ballon muni d'une boule à distiller à un réfrigérant; l'extrémité doit plonger dans un volume mesuré de 25-50 ml d'acide sulfurique 0,1 n (réactif 3). Distiller environ 150 ml en évitant de surchauffer les parois. Faire bouillir le distillat pendant 2 minutes, laisser refroidir et titrer l'excès d'acide au moyen d'hydroxyde de sodium 0,1 n (réactif 4) en présence de l'indicateur (réactif 7).  
1 ml d'acide sulfurique 0,1 n équivaut à 1,4 mg d'azote ammoniacal.

Méthode C

Introduire à la pipette dans le ballon à distiller de 500 ml une quantité déterminée (en général 50 ml) de filtrat en rapport avec la teneur présumée de l'échantillon en azote ammoniacal. Diluer éventuellement jusqu'à environ 100 ml avec de l'eau (réactif 1).

Dans la fiole de 600 ml, où l'on recueille le distillat, introduire à la pipette 50 ml de solution titrée d'acide sulfurique (réactif 3), le titre de cette solution étant choisi en rapport avec la quantité présumée d'azote ammoniacal de l'échantillon. Ajouter ensuite 5 gouttes de la solution d'indicateur (réactif 9).  
Au moyen d'un bouchon en caoutchouc, adapter la fiole à vide hermétiquement au réfrigérant, l'extrémité du tube d'écoulement plongeant d'un centimètre au moins dans la solution titrée d'acide sulfurique. Connecter la fiole à vide à la trompe à eau en intercalant un manomètre à vide.

Bring in de destillatiekolf enkele druppels antischuimmiddel (reagens 8) en 2 g magnesiumoxide (reagens 2); de oplossing dient alkalisch te reageren met lakmoespapier. Verbind onmiddellijk de kolf met ingeslepen hals met het destilleerapparaat (met gebruik van vacuümvet (reagens 10). Plaats de kolf in een waterbad dat vooraf verwarmd werd tot 40 - 42° Celsius, welke temperatuur tijdens de stoomdestillatie gehandhaafd blijft. Verbind de stoombron die vooraf op 40° Celsius is gebracht met het destilleertoestel en stel de waterstraalpompe in werking. Destilleer gedurende 1 uur onder zodanig verminderde druk dat de destillatietemperatuur ligt tussen 37 en 40 graden.

Ajouter quelques gouttes d'anti-mousse (réactif 8) et 2 g d'oxyde de magnésium (réactif 2) dans le ballon à distiller; la solution doit être alcaline au papier tournesol. Raccorder le ballon à col rôdés immédiatement à l'appareil de distillation (en utilisant de la graisse pour vide (réactif 10). Placer le ballon dans un bain d'eau préchauffé à une température de 40-42° Celsius, température qui est maintenue durant la distillation. Raccorder à 40 degrés Celsius, à l'appareil de distillation et faire fonctionner la trompe à eau. Distiller durant 1 heure sous une pression réduite telle que la température de distillation se situe entre 37 et 40 degrés.

De druk kan geregeld worden door middel van de schroefklem die geplaatst is op de verbinding tussen de stoombron en het destilleertoestel. Herstel na een uur de normale druk door opendraaien van de schroefklem. Maak de afzuigfles waarin het distillaat opgevangen werd los zodanig dat het uiteinde van de afvoerbuis boven de oppervlakte van de vloeistof gebracht wordt. Was het uiteinde van deze buis met een weinig water (reagens 1) Titreer de overmaat zuur met de gestelde natriumhydroxide oplossing (reagens 4).

On règle le vide en manoeuvrant une pince à vis intercalée entre le générateur de vapeur et l'appareil de distillation. Après une heure rétablir la pression normale en manoeuvrant la pince à vis. Détacher la fiole à vide dans laquelle on a recueilli le distillat, de telle façon que l'extrémité du tube d'écoulement du réfrigérant se trouve au-dessus de la surface du liquide. Laver l'extrémité de ce tube avec un peu d'eau (réactif 1). Titrer l'excès d'acide par l'hydroxyde de sodium titré (réactif 4).

N.B. Draag gedurende de stoomdestillatie onder verminderde druk een veiligheidsbehal.

N.B. Lors de la distillation sous pression réduite, portez des lunettes protectrices.

**7. Controles**

**7. Vérification.**

- a) Een blanco-proef uitvoeren onder dezelfde omstandigheden en daarmee rekening houden bij het berekenen van de einduitslag.
- b) Voor het uitvoeren van de ontledingen, de goede werking van het apparaat en de nauwkeurige uitvoering van de werkwijze nagaan met een nauwkeurig afgenomen deel van een oplossing van ammoniumsulfaat (reagens 5) en voor methode C van een vers bereide oplossing van ammoniumsulfaat (reagens 6) en ureum (reagens 7).

- a) Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions et en tenir compte dans le calcul du résultat final.
- b) Préalablement aux analyses, contrôler le bon fonctionnement de l'appareil et l'exécution correcte de la technique en utilisant une partie aliquote d'une solution de sulfate d'ammonium (réactif 6) et pour la méthode C d'une solution fraîchement préparée de sulfate d'ammonium (réactif 6) et d'urée (réactif 7).

De hoeveelheid ammoniumstikstof die aanwezig is in het afgemeten volume van het controlemonster dient min of meer overeen te stemmen met de hoeveelheid ammoniumstikstof aanwezig in het afgemeten volume van de bereide oplossing.

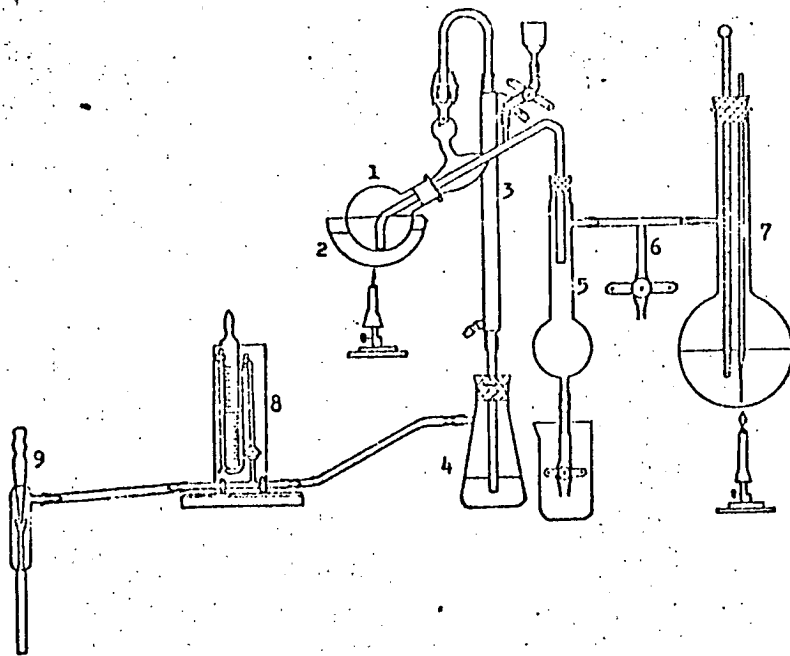
La quantité d'azote ammoniacal contenue dans la partie aliquote de la solution de contrôle doit correspondre plus ou moins à la quantité d'azote ammoniacal se trouvant dans le volume prélevé de la solution préparée.

8. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procenten ammoniumstikstof, aanwezig in de meststof zoals deze voor onderzoek is ontvangen.

8. Expression des résultats

Calculer le résultat analytique en pourcentage d'azote ammoniacal, contenu dans l'engrais tel qu'il est présenté pour l'analyse.

**LEGENDE**

1. Ballon de 500 ml à fond rond et à col rodé.
2. Bain-marie.
3. Réfrigérant Liebig avec tube d'écoulement assez long.
4. Flûte à vide de 600 ml.
5. Réservoir intermédiaire.
6. Tube en forme de T, muni d'une pince à vis pour régler le vide.
7. Source de vapeur.
8. Manomètre à vide.
9. Trompe à eau.

**FIGURE**

1. Kolf van 500 ml met ronde bodem en voorzien van slijpstukken.
2. Waterbad.
3. Liebigkoeler met betrekkelijk lange afvoerbuis.
4. Afszuigfles van 600 ml.
5. Verbindingsreservoir.
6. T-vormige buis voorzien van schroefklem voor regeling van de verminderde druk.
7. Stoomgenerator.
8. Manometer voor verminderde druk.
9. Intertraplomp.

H.B. Voor deze methode kan ook de werkwijze worden gevolgd, beschreven in de E.F.G.-methode 2.6.1. onder de volgende punten : 4, 5, 7.2.1., 7.2.1.1., 7.2.5.3., 7.2.5.4. en 7.2.5.5.

H.B. Pour cette méthode, on peut également procéder selon le mode opératoire décrit dans la méthode C.E.E. 2.6.1. sous les points : 4, 5, 7.2.1., 7.2.1.1., 7.2.5.3., 7.2.5.4. et 7.2.5.5.



Methoda MLN-N-3 : Bepaling van nitraatswikstof in aanwezigheid van organische stof

Méthode MLN-N-3 : Détermination de l'azote nitrique en présence de matières organiques

1. Principe

Xylenol wordt genitreerd tot nitroxylenol. Het nitroxylenol wordt overgedestilleerd en opgevangen in een oplossing van natriumhydroxide. In het destillaat wordt de intensiteit van de gele kleur gemeten.

1. Principe

Le xylénol est transformé par l'ion nitrique en nitroxylénol. Le nitroxylénol est distillé et recueilli dans une solution d'hydroxyde de sodium. On mesure l'intensité de la coloration jaune du distillat.

2. Toepassingsgebied.

Voor alle waren die organische stof bevatten en die opgenomen zijn in de bijlage van de reglementering.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises, figurant à l'annexe de la réglementation, qui renferment des matières organiques.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Apparatuur

- Een convoudige destillatieapparaat, bestaande uit een conische kolf van 300 ml, verbonden met een verticaal opgestelde Liebigkoeler
- Roteermolen : 35 à 40 omwentelingen per minuut.
- Spectrofotometer of filterfotometer voor metingen op een golflengte van 430 nanometer (nm).
- Normale goed gereinigde laboratoriumapparatuur.

4. Appareillage

- Appareil à distiller simple, constitué, d'un vase conique de 300 ml, relié à un réfrigérant Liebig disposé verticalement.
- Agitateur rotatif (culbuteur) : 35 à 40 tours par minute.
- Spectrophotomètre ou photomètre avec filtre fonctionnant à une longueur d'onde de 430 nanomètres (nm).
- Appareillage normal de laboratoire, bien nettoyé.

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxide en van elke stikstofverbinding.
- (2) Xylenolreagens : 0,25 g 1 hydroxy-3,4-dimethylbenzeen (3,4-dimethylphenol) (het xylenol dient als kleurloze kristallen aanwezig te zijn) wordt met natriumhydroxide oplossing 0,2 n (reagens 4) aangewreven en met dezelfde oplossing opgelost tot een volume van 10 ml.

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou déminéralisée, exempte de dioxyde de carbone et de composés azotés quelconques.
- (2) Réactif au xylénol : tribruer 0,25 g de 1 hydroxy - 3,4 diméthylbenzène (3,4 diméthylphénol) (le xylénol doit se présenter sous forme de cristaux incolores) avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,2 n (réactif 4) et dissoudre avec la même solution jusqu'à obtention d'un volume de 10 ml.

./.

H.B. De oplossing dient voor gebruik volkomen kleurloos te zijn; bij twijfel de oplossing weg werpen. Het verdient aanbeveling onmiddellijk voor gebruik een verse oplossing te bereiden.

H.B. La solution doit être absolument incolore pour être utilisable; en cas de doute, jeter la solution. Il est conseillé de préparer immédiatement avant l'emploi une solution fraîche.

(3) Zwavelzuur : 720 ml zwavelzuur p.a. d = 1,84 voorzichtig mengen met 280 ml gedestilleerd water.

(3) Acide sulfurique : mélanger prudemment 720 ml d'acide sulfurique p.a. d = 1,84 avec 280 ml d'eau distillée.

(4) Natriumhydroxideoplossing : 0,2 n.

(4) Solution d'hydroxyde de sodium : 0,2n.

(5) Trichloorazijnzuur : 10 % (100 g trichloorazijnzuur oplossen in water en aanvullen tot 1 liter).

(5) Solution d'acide trichloroacétique à 10 % (dissoudre 100 g d'acide trichloroacétique dans l'eau et porter à un litre).

## 6. Uitvoering

## 6. Technique analytique

Breng 5 g analysemonster, op 1 mg nauwkeurig afgewogen, in een maatkolf van 500 ml. Voeg 25 ml trichloorazijnzuur 10 % (reagens 5) toe, zwenk om en wacht tot een eventuele kooldioxydeontwikkeling bijna beëindigd is; voeg daarna 350 ml water (reagens 1) toe. Laat in een roterende gedurende een half uur roteren. Vul aan met water (reagens 1) tot 500 ml, meng en filtreer. Verdun, zo nodig tot een passende concentratie, d.w.z. maximaal 0,055 mg nitraatstikstof per ml indien uiteindelijk in een 1 cm cuvet gemeten wordt. Pipeteer van de aldus verkregen oplossing 10 ml af in een kegelige kolf van 500 ml (zie apparatuur), voeg 2 ml xylenol-reagens (reagens 2) en 40 ml zwavelzuur (reagens 3) toe. Sluit de kolf af met een geschikte goed passende stop en zwenk om tot een goede menging verkregen is. Laat dan de kolf met inhoud ongeveer een half uur bij kamertemperatuur staan. Voeg 100 ml water (reagens 1) en enkele stukjes puinsteen toe en destilleer (zie apparatuur) het ontstane nitroxylenol over, waarbij het destillaat opgevangen wordt in een maatkolfje van 100 ml, waarin 10 ml natriumhydroxideoplossing 0,2n (reagens 4) aanwezig is.

Introduire 5 g pesé à 1 mg près de l'échantillon préparé pour l'analyse, dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 25 ml d'acide trichloroacétique à 10% (réactif 5), agiter et attendre jusqu'à ce que le dégagement éventuel de dioxyde de carbone soit presque terminé; ajouter 350 ml d'eau (réactif 1). Agiter au culbuteur pendant une demi-heure. Porter à 500 ml avec de l'eau (réactif 1), mélanger et filtrer. Diluer, si nécessaire, à la concentration adéquate, qui ne doit pas dépasser 0,055 mg d'azote nitrique par ml, lorsque la coloration est mesurée dans une cuvette de 1 cm. Introduire à la pipette 10 ml de la solution ainsi obtenue dans un vase conique de 500 ml (voir appareillage) ajouter 2 ml de réactif au xylénol (réactif 2) et 40 ml d'acide sulfurique (réactif 3). Boucher le vase au moyen d'un bouchon bien ajusté et agiter pour obtenir un bon mélange. Laisser reposer le ballon avec son contenu pendant environ une demi-heure à la température ambiante. Ajouter 100 ml d'eau (réactif 1) et quelques grains de pierre-ponce et distiller (voir appareillage) le nitroxylenol formé en recueillant le distillat dans un ballon jaugé de 100 ml, contenant 10 ml d'hydroxyde de sodium 0,2 n (réactif 4).

Beëindig de distillatie, wanneer circa 50 ml vloeistof overgedestilleerd is. Spoel de Liebigkoeler na met 15 ml natriumhydroxyde oplossing 0,2 n en daarna met wat water (reagens 1). Vang alles op in het maatkolfje. Vul tenslotte met water (reagens 1) aan tot een volume van 100 ml meng; en meet na 1 uur en niet later dan 2 uur de intensiteit van de verkregen gele kleur bij een golflengte van 430 nm ten opzichte van een blanco, die op dezelfde wijze is verkregen met alle gebruikte reagentia, echter met water (reagens 1) in plaats van een oplossing van het monster. Zoek op een ijktafel of ijkcurve de overeenkomende hoeveelheden nitraatstikstof (H) op.

7. Opmerkingen

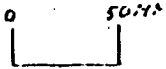
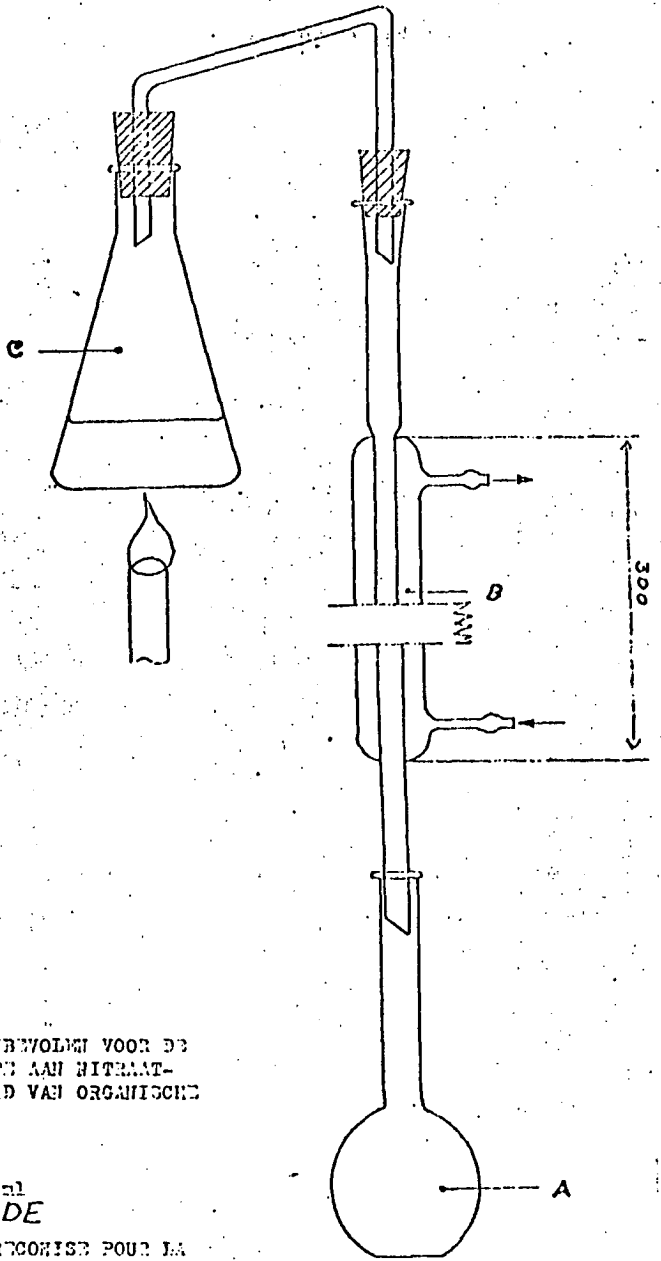
- 1) Indien in het aliquot, dat in de konische kolf afgepipeteerd zou worden, meer dan 2 mg chloor (Cl) aanwezig zou zijn wordt 5 ml in plaats van 10 ml afgepipeteerd, 5 ml zilveracetaatoplossing (verzadigde oplossing zilveracetaat p.a. in water) toegevoegd, goed omgezwemkt en daarna verder gehandeld als in het voorschrift beschreven is, te beginnen met de toevoeging van 2 ml xylénol-reagens.
- 2) Indien in uitzonderlijke gevallen, het analysemateriaal nitriet bevat dient men per mg nitriet 1 ml 1% vers bereide ammoniumsulfamaat oplossing toe te voegen (enkele minuten vóór het toevoegen van het zwavelzuur). Het dient het totaal volume van het afgepipeteerd aliquot en de toegevoegde sulfamaatoplossing, inclusief eventueel toe te voegen water en zilveracetaatoplossing, steeds 10 ml te bedragen.

Arrêter la distillation après avoir recueilli environ 50 ml de distillat. Rincez le tube du réfrigérant Liebig au moyen de 15 ml d'hydroxyde de sodium 0,2 n et ensuite avec un peu d'eau (réactif 1). Recueillir le tout dans le ballon jaugé. Porter au volume de 100 ml avec de l'eau (réactif 1), mélanger et mesurer après 1 heure et au plus tard après 2 heures, l'intensité de la coloration jaune formée à la longueur d'onde de 430 nm par rapport à un essai à blanc, obtenu dans les mêmes conditions avec tous les réactifs utilisés, mais en prélevant de l'eau (réactif 1) au lieu de la solution de l'échantillon. Pointer dans le tableau d'étalonnage ou sur la courbe d'étalonnage les quantités correspondantes d'azote nitrique (H).

7. Remarques

- 1) Lorsque la partie aliquote, à introduire dans le vase conique, renferme plus de 2 mg de chlore (Cl), prélever à la pipette 5 ml au lieu de 10 ml, ajouter 5 ml d'acétate d'argent (solution saturée d'acétate d'argent p.a. dans l'eau), bien agiter et poursuivre comme décrit à la technique analytique à partir de l'addition de 2 ml de xylénol.
- 2) Dans des cas exceptionnels, où la matière destinée à l'analyse renferme des nitrites, ajouter par mg de nitrite, 1 ml de solution fraîchement préparée de sulfamate d'ammonium à 1% (quelques minutes avant l'addition d'acide sulfurique). Le volume total de la partie aliquote prélevée et de la solution de sulfamate, comportant éventuellement l'eau et l'acétate d'argent ajoutés, doit toutefois toujours atteindre 10 ml.

- 3) Reagens 2 kan ook bereid worden als 5% oplossing in ijsazijn. Dit reagens kan snel bereid worden en is goed houdbaar (drie weken); echter dienen dan de volgende wijzigingen in het voorschrift te worden aangebracht.
- a) in plaats van 2 ml reagens 2 neemt men 1 ml reagens 2 en 1 ml water;
  - b) opgevangen wordt in 20 ml NaOH 0,5 n in plaats van 10 ml 0,2 n;
  - c) het destillaat dient vrij nauwkeurig 50 ml te bedragen; daartoe kan het destillaat het best worden opgevangen in een maatcilinder.
- 3) Le réactif 2 peut également être préparé comme solution à 5% dans l'acide acétique glacial. Ce réactif se prépare rapidement et se conserve bien - (trois semaines); dans ce cas apporter cependant les modifications suivantes à la technique analytique.
- a) prélever 1 ml de réactif 2 et 1 ml d'eau au lieu de 2 ml de réactif 2 ;
  - b) recueillir le distillat dans 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,5 n au lieu de 10 ml 0,2 n ;
  - c) le volume du distillat doit atteindre assez exactement 50 ml; à cette fin recueillir de préférence le distillat dans un vase cylindrique gradué.



DESTILLATIAPPARAAT AANBEVOLEN VOOR DE  
BEPALING VAN HET GEHALTE AAN NITRAAT-  
STIKSTOF IN AANWEZIGHEID VAN ORGANISCHE  
STOF.

- A = Kolf van 100 ml
- B = Koeler
- C = Erlenmeyer van 300 ml

**XYLENOLMETHODE**

APPAREIL A DISTILLER PRÉCISÉ POUR LA  
DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN AZOTE NI-  
TRIQUE EN PRÉSENCE DE MATIÈRES ORGANIQUES

- A = Fiole de 100 ml
- B = Réfrigérant
- C = Erlenmeyer de 300 ml.

Methode PVI-N-4 : Bepaling van azotestof bij aanwezigheid van nitraten en organische stof

Méthode PVI-N-4 : Détermination de l'azote total en présence de nitrates et de matières organiques

1. Principe

De nitraatstikstof wordt tot ammoniumstikstof gereduceerd door ijzerpoeder en verdund zwavelzuur. De organische gebonden stikstof wordt ook omgevoerd tot ammoniumstikstof. Alle stikstof, thans aanwezig als ammoniumstikstof, wordt uitgedreven met loog, overgedestilleerd en in een bekende en meer dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur opgevangen. De overmaat zuur wordt teruggetitreerd met loog van bepaalde titer.

1. Principe

L'azote nitrique est réduit à l'état d'azote ammoniacal par le fer en poudre en présence d'acide sulfurique dilué. L'azote organique est minéralisé en azote ammoniacal. La totalité de l'azote, se trouvant sous forme d'azote ammoniacal, est déplacée avec l'hydroxyde de sodium, distillée et recueillie dans une quantité connue et en excès d'acide sulfurique titré. L'excès d'acide est titré avec une solution d'hydroxyde de sodium de normalité déterminée.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren opgenomen in de bijlage van de reglementering waarin onder andere nitraatstikstof en organische stof gelijktijdig aanwezig zijn.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises figurant à l'annexe de la réglementation, contenant entre autres, simultanément de l'azote nitrique et des matières organiques.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Apparatuur

- Destillatiestoestel, als beschreven bij methode S.E.G. 2.1.
- Kjeldahlkolfen van circa 700 ml
- Waterbad.
- Normale, goed gereinigde laboratoriebuisapparatuur.

4. Appareillage

- Appareil à distiller, comme décrit à la méthode C.E.E. 2.1.
- Ballons de Kjeldahl d'environ 700 ml
- Bain-marie.
- Appareillage normal de laboratoire, bien nettoyé.

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van koolstofdioxide en van elke stikstofverbinding (ammonia, nitraten, nitrieten, enz.)

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou déminéralisée, exempte de dioxyde de carbone et de composés azotés quelconques (ammoniaque, nitrates, nitrites, etc.).

(2) Met waterstof gereduceerd ijzer,  
in poedervorm.

(2) Pow. en poudre, réduit à l'hydro-  
gène.

(3) Zwavelzuur 1 + 1 (gewichtshoe-  
veelheden.

(3) Acide sulfurique 1 + 1 (ou poids).

(4) Glasparels

(4) Billes de verres

(5) Watervrij natriumsulfaat p.a.

(5) Sulfate de sodium anhydre p.a.

(6) Kwik of kwikoxide p.a.

(6) Mercur ou oxyde de mercure p.a.

(7) Zwavelzuur p.a. (d = 1,84).

(7) Acide sulfurique p.a. (d = 1,84).

(8) Met zoutzuur gewassen en ge-  
glode slukjes puimsteen.

(8) Pierre ponce lavée à l'acide  
chlorhydrique et calcinée.

(9) Antischuimmiddel

(9) Anti-mousse

(10) Zink, gegraneerd.

(10) Zinc en grains.

(11) Natriumsulfidehoudende loog :  
5 kg natriumhydroxyde met 100  
à 150 g natriumsulfide  
(Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O) in water oplossen  
tot 10 liter.

(11) Solution d'hydroxyde de sodium  
contenant du sulfure de sodium :  
dissoudre 5 kg d'hydroxyde de  
sodium et 100 à 150 g de sulfure  
de sodium (Na<sub>2</sub>S.9H<sub>2</sub>O) dans de  
l'eau et porter à 10 litres.

(12) Indicatoroplossingen

(12) Solutions d'indicateur.

I. Keurindicator

I. Indicateur mixte

a) één g methylrood oplossen in  
37 ml natriumhydroxyde-oplos-  
sing 0,1 n en met water aanvul-  
len tot een liter ;

a) dissoudre un g de rouge de mé-  
thyle dans 37 ml de solution  
d'hydroxyde de sodium 0,1 n  
et compléter à un litre avec  
de l'eau.

b) één g methyleenblauw oplossen  
in water en aanvullen tot een  
liter.

b) dissoudre un g de bleu de mé-  
thylène dans l'eau et complé-  
ter à un litre.

1 volume van a) met 2 volumen van  
b) mengen. Deze indicator is vio-  
let in zuur milieu, grijs in neu-  
traal milieu en groen in alkalisch  
milieu. Van deze indicatoroplos-  
sing wordt 0,4 ml (10 druppels)  
gebruikt.

Mélanger 1 volume de a) et 2 vo-  
lumes de b). Cet indicateur est  
violet en solution acide, gris  
en solution neutre et vert en  
solution alcaline. Utiliser 0,4  
ml (10 gouttes) de cette solu-  
tion d'indicateur.

II. Methylroodindicator

II. Indicateur au rouge de méthylène

0,1 g methylrood oplossen in 50 ml  
ethanol 95°, aanvullen met water tot  
100 ml en, indien nodig, filteren.

Dissoudre 0,1 g de rouge de mé-  
thyle dans 50 ml d'éthanol à 95°.  
compléter à 100 ml avec de l'eau  
et filtrer si nécessaire.

Men mag deze indicator gebruiken in plaats van de voorgaande, waarbij men echter slechts 4 à 5 druppels nodig heeft.

- (13) Zwavelzuur 0,1 n gesteld.
- (14) Zwavelzuur 0,5 n. gesteld
- (15) Natronloog 0,1 n, gesteld, vrij van carbonaten.
- (16) Natronloog 0,25 n, gesteld, vrij van carbonaten.
- (17) Acetanilide p.a.

6. Uitvoering

a. Destructie

Bring een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van het analysemonster die ten hoogste 1 g organische stof en ten hoogste 200 mg stikstof bevat in een Kjeldahlkolf. Voeg toe: 10 g ijzerpoeder (reagens 2) en 25 ml water (reagens 1) en laat onder af en toe omschudden een half uur staan. Voeg vervolgens 90 ml zwavelzuur (reagens 3) toe en laat onder af en toe omschudden weer ten minste een half uur staan totdat er geen zichtbare waterstofontwikkeling meer plaats heeft. Plaats de kolf nu op een kokend waterbad tot beëindiging der waterstofontwikkeling; schud intussen geregeld om. Voeg enkele glasparsels (reagens 4) toe en verdamp het grootste gedeelte van het water op een volle vlam. Voeg vervolgens toe: 7 g natriumsulfaat (reagens 5), 0,7 g kwikoxide (reagens 6) (of de equivalente hoeveelheid kwik) en 20 ml zwavelzuur (reagens 7) en verwarm onder herhaald omschudden direct op een volle vlam tot de oplossing geel gekleurd is en geen onopgeloste organische stof meer aanwezig is. Kook daarna nog ten minste een half uur. Laat afkoelen en voeg toe : 300 ml water (reagens 1), enkele stukjes puinsteen (reagens 8), een weinig antischuim (reagens 9) en enige stukjes zink (reagens 10).

On peut utiliser cet indicateur (4 à 5 gouttes) au lieu du précédent.

- (13) Liquueur titrée d'acide sulfurique 0,1 n
- (14) Liquueur titrée d'acide sulfurique 0,5 n.
- (15) Liquueur titrée d'hydroxyde de sodium, 0,1 n, exempte de carbonates
- (16) Liquueur titrée d'hydroxyde de sodium, 0,25 n, exempte de carbonates
- (17) Acétanilide p.a.

6. Technique analytique

a. Minéralisation

Introduire dans un ballon de Kjeldahl une prise d'essai de l'échantillon préparé, pesée à 1 mg près, contenant au maximum 1 g de matières organiques et 200 mg d'azote. Ajouter : 10 g de fer en poudre (réactif 2) et 25 ml d'eau (réactif 1); laisser reposer pendant une demi-heure en agitant de temps en temps. Ajouter ensuite 90 ml d'acide sulfurique (réactif 3) et laisser reposer au moins une demi-heure en agitant de temps en temps jusqu'au moment où un dégagement visible d'hydrogène ne se produit plus. Placer le ballon dans un bain-marie bouillant jusqu'à cessation du dégagement d'hydrogène; agiter régulièrement pendant ce laps de temps. Ajouter quelques billes de verre (réactif 4) et évaporer la majeure partie de l'eau sur flamme vive. Ajouter ensuite : 7 g de sulfate de sodium (réactif 5), 0,7 g d'oxyde de mercure (réactif 6) (ou la quantité équivalente de mercure) et 20 ml d'acide sulfurique (réactif 7); chauffer, en agitant régulièrement, directement sur flamme vive jusqu'à ce que la solution soit devenue jaune et que la matière organique soit totalement dissoute. Poursuivre l'ébullition pendant au moins une demi-heure. Laisser refroidir et ajouter 300 ml d'eau (réactif 1), quelques fragments de pierre ponce (réactif 8), un peu d'antirousse (réactif 9) et quelques fragments de zinc (réactif 10).



b. Destillatie

Zorg dat alle zouten nagenoeg zijn opgelost, eventueel door verwarming op het waterbad. Koel af. Om de ammoniak te binden wordt in de opvangfles van het destillaat 25 ml zwavelzuur 0,1 n (reagens 13) (bij stikstofarme produkten) of 35 ml zwavelzuur 0,5 n (reagens 14) (bij stikstofrijke produkten) voorgelegd.

Voeg voorzichtig aan de zure oplossing in de Kjeldahlkolf 130 ml natriumsulfide-houdende loog (reagens 11) toe en verbind de kolf onmiddellijk via een spathelm met de koeler (zie opmerking 1). Het uiteinde van de koeler (indien nodig met een passend verlengstuk) dient tenminste 1 cm onder het oppervlak te steken van het voorgelegde zuur (reagentia 13 of 14); waaraan de indicator (reagens 12) is toegevoegd. Breng de kolf op volle vlam aan de kook op een van tevoren verhit gasje en destilleer daarna op nagenoeg volle vlam. Na ongeveer een kwartier is de grootste hoeveelheid ammoniak afgedestilleerd. Men laat nu de opvangfles zover zakken dat het uiteinde van de afvoerbuis niet meer in de vloeistof is gedompeld en destilleert verder totdat de overdestillerende vloeistof neutraal reageert t.o.v. rood lakmoespapier. In het algemeen zal dan ongeveer 4/5 van de kolfinhoud overgegaan zijn. In geval van hevig stoten voor de destillatie beëindigd is, handel dan volgens opmerking 2.

c. Titratie van de overmaat zuur

De overmaat zwavelzuur wordt met behulp van natriumloog 0,1 n respectievelijk 0,25 n (reagentia 15 en 16) al naar gelang de normaliteit van het zwavelzuur 0,1 n respectievelijk 0,5 n is getitreerd, totdat de kleur duidelijk geel is, indien methylrood (reagens 12 - II) als indicator is toegepast en tot grijs (overgang tussen violet en groen) indien de mengindicator (reagens 12 - I) wordt aangevend.

b. Distillation

S'assurer de la dissolution presque complète de tous les sels en chauffant éventuellement au bain-marie. Laisser refroidir. Introduire dans le vase dans lequel on recueille le distillat 25 ml d'acide sulfurique 0,1 n (réactif 13) (pour les produits pauvres en azote) ou 35 ml d'acide sulfurique 0,5 n (réactif 14) (pour les produits riches en azote) en vue de fixer l'ammoniaque.

Ajouter prudemment à la solution acide dans le ballon de Kjeldahl 130 ml d'hydroxyde de sodium contenant du sulfure de sodium (réactif 11) et raccorder immédiatement le ballon au réfrigérant muni d'une boule à distiller (voir remarque 1). L'extrémité du réfrigérant (si nécessaire muni d'une allonge) doit plonger au moins 1 cm dans l'acide titré (réactif 13 ou 14) contenant l'indicateur (réactif 12). Placer le ballon sur la toile préalablement chauffée au rouge, porter rapidement à ébullition et distiller sur flamme vive. Après environ un quart d'heure la majeure partie de l'ammoniac est distillée. Abaisser à ce moment le vase dans lequel on recueille le distillat de sorte que l'extrémité du réfrigérant ne plonge plus dans le liquide. Poursuivre la distillation jusqu'à ce que le liquide qui passe donne une réaction neutre au papier tournesol rouge. En général environ les 4/5 du contenu du ballon seront distillés à ce moment. Si des soubresauts violents se produisent avant la fin de la distillation, opérer comme indiqué à la remarque 2.

d. Titration de l'excès d'acide

Titrer l'excès d'acide sulfurique avec de l'hydroxyde de sodium 0,1 n ou 0,25 n (réactifs 15 et 16) d'après la normalité de l'acide sulfurique 0,1 n ou 0,5 n employé - jusqu'à obtention d'une coloration franchement jaune avec l'indicateur au rouge de méthyle (réactif 12 - II) et grise (virage du violet au vert) avec l'indicateur mixte (réactif 12 - I).

7. Controles

- a. Voer onder dezelfde omstandigheden een blanco-bepaling uit en breng een eventueel gevonden correctie in rekening (controle der reagentia).
- b. Voer ter controle van de gehele methode, inclusief de destructie, de bepaling uit met 1 g aceta-nilide p.a. (reagens 17) waaraan een gekende hoeveelheid nitraat-stikstof is toegevoegd. Het theo-retisch stikstofgehalte van droog aceta-nilide bedraagt : 10,36 %.

8. Opmerkingen

- 1. Ter vermindering van overmatig "sto-ten", verdient het aanbeveling na het toevoegen van de loog en nadat de kolf op de vlak staat, om te zwenken nadat de neergerlagen ijzer-verbindingen over de hele vlöeistof verdeeld worden; dit omzwenken dient herhaald te worden, nadat (enkele minuten later) de ijzer-verbindingen weer enigzins zijn bezonken.

- 2. Teneinde overmatig stoten te vermij-den kan ook als volgt gewerkt worden : laat na het beëindigen van de destructie afkoelen en voeg 300 ml water toe. Verwarm zonedig tot alle ammoniumzouten zijn opgelost. Breng vervolgens kwantitatief over in een maat-kolf van 500 ml, koel af, vul aan tot het volume van 500 ml met water (reagens 1) en meng. Pipetteer 250 ml in een destilla-tiekolf.

Voeg achtereenvolgens toe : 50 ml water (reagens 1), enkele stukjes pooksteen (reagens 8), een weinig antischuim (reagens 9) en enkele stukjes zink (reagens 10).

Voeg voorzichtig 100 ml sulfidhou-dende loog (reagens 11) toe en ver-bind de kolf onmiddellijk met het destillatieapparaat.

7. Vérifications

- a. Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions et tenir compte de la correction éventuellement trouvée (contrôle des réactifs).
- b. Effectuer en vue du contrôle de toutes les opérations, y compris la destruction une analyse avec 1 g d'acetanilide p.a. (réactif 17) auquel une quantité connue d'azote nitrique a été ajoutée. La teneur théorique en azote de l'acetani-lide sec est de : 10,36 %.

8. Remarques

- 1. Il est conseillé, afin de limiter les soubresauts excessifs, d'agiter le ballon après y avoir ajouté la soude et l'avoir placé sur la flamme afin de répartir dans le liquide les composés de fer précipités, agiter à nouveau (après quelques minutes) lorsque les composés de fer se sont déposés.

- 2. Pour éviter des soubresauts violents, on peut également procéder comme suit : après la fin de la destruc-tion laisser refroidir le ballon et y ajouter 300 ml d'eau. Chauffer, si nécessaire, jusqu'à dissolution de tous les sels d'ammonium. Trans-vaser ensuite quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml, laisser refroidir, porter au volume de 500 ml avec de l'eau (réactif 1) et homo-généiser. Prélever à la pipette 250 ml et in-troduire cette quantité dans un ballon de distillation.

Ajouter successivement 50 ml d'eau (réactif 1), quelques fragments de pierre-ponce (réactif 8), un peu d'anti-mousse (réactif 9) et quel-ques morceaux de zinc (réactif 10).

Ajouter avec précaution 100 ml d'hy-droxyde de sodium contenant du sul-fure (réactif 11) et raccorder im-médiatement le ballon à l'appareil de distillation.

Methode BIL-N-5 : Bepaling van ureumstikstof (meer dan 3 %) bij aanwezigheid van organische stof.

Méthode BIL-N-5 : Détermination de l'azote uréique (plus de 3 %) en présence de matières organiques.

1. Principe

Ureum vormt met xanthydrool een onoplosbare verbinding. Deze wordt afgefilterd, gedroogd en gewogen. Biureet slaat mede neer en wordt mede bepaald.

1. Principe

L'urée forme avec le xanthydrool un composé insoluble. Celui-ci est recueilli sur un filtre, séché et pesé. Le biuret est précipité simultanément et est dosé en même temps.

2. Toepassingsgebied

Voor al de waren, opgenomen in de bijlage van de reglementering, waarvoor de bepaling van de ureumstikstof voorzien is, op voorwaarde dat zij meer dan 3 % ureumstikstof en geen ureumverbindingen bevatten (voor de meststof ureum, zie methode E.E.G. 2.3.3.).

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises, figurant à l'annexe de la réglementation, pour lesquelles la détermination de l'azote uréique est prévue, à condition de contenir plus de 3 % d'azote uréique et de ne pas contenir de composés d'urée (pour l'engrais urée, voir la méthode C.E.E. 2.3.3.).

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

Voir Chapitre I.

4. Apparatuur

- Filtreerkroezen met poriëndiameter van 5 tot 15  $\mu$ .
- Elektrische droogstoof met regelbare temperatuur bij 150° C.
- Roteertoestel : 35 à 40 omwentelingen per minuut.
- Wateraafpomper met afzuigpot.
- Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

4. Appareillage

- Croisets filtrants, diamètre des pores de 5 à 15  $\mu$ .
- Etuve électrique à température réglable à 150° C.
- Agitateur rotatif (culbuteur) : 35 à 40 tours par minute.
- Trompe à eau avec jarre à vide.
- Verrerie bien nettoyée et appareillage normal de laboratoire.

5. Reagentia

- (1) Cedestilleerd- of gedemineraliseerd water, vrij van kool-dioxide en van elke stikstof-verbinding (ammonia, nitraten, nitrieten, enz.).

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou déminéralisée, exempte de dioxyde de carbone, de composés azotés quelconques (ammoniaque, nitrates, nitrites, etc.).

(2) Azijsuur p.a. (ijszijl).

(2) Acide acétique p.a. (glacial)

(3) Kausthydryeloplossing : 5 % oplossing van kausthydryol p.a. in ethanol of methanol. De oplossing blijft drie maanden goed indien ze bewaard wordt bij lage temperatuur, afgesloten van licht en lucht.

(3) Solution de kausthydryol : solution à 5 % de kausthydryol p.a. dans l'éthanol ou le méthanol. La solution se conserve pendant trois mois lorsqu'elle est mise à l'abri de l'air et de la lumière et à basse température.

(4) Ethanol 96°

(4) Ethanol 96°

(5) Carrez I : oplossing 25,8 g zinkacetaat ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ) en 3 g ijszijl in water oplossen en in een maatkolffje aanvullen tot 100 ml.

(5) Solution de Carrez I : dissoudre dans l'eau 25,8 g d'acétate de zinc ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ) et 3 g d'acide acétique glacial dans un ballon jaugé de 100 ml et porter au volume.

(6) Carrez II : oplossing 10,5 g kaliumferrocyanoferraat ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) in water oplossen en in een maatkolffje aanvullen tot 100 ml.

(6) Solution de Carrez II : dissoudre dans l'eau 10,5 g de ferrocyanure de potassium ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) dans un ballon jaugé de 100 ml et porter au volume.

(7) Actieve kool p.a. die geen ureum absorbeert.

(7) Charbon actif p.a. qualité n'absorbant pas d'urée.

(8) Ureum p.a.

(8) Urée p.a.

6. Analyse-uitvoering

a. Bereiding van de oplossing bestemd voor de analyse.

Weeg van het analysemonster, op 1 mg nauwkeurig, een hoeveelheid van 5 gram af, die in het algemeen niet meer dan 450 milligram ureumstikstof bevat (zie ook opmerking 5) en breng deze hoeveelheid in een maatkolf van 500 ml. Voeg 1 g actieve kool (reagens 7), 400 ml water (reagens 1), 5 ml Carrez I (reagens 5) en 5 ml Carrez II (reagens 6) toe.

Laat gedurende een half uur draaien in het roerstoelstel. Vul met water (reagens 1) aan tot 500 ml, meng en filtreer.

5. Technique analytique

a. Préparation de la solution destinée à l'analyse.

Peser à 1 mg près, une quantité de 5 grammes de l'échantillon préparé pour l'analyse, quantité qui ne contient généralement pas plus de 450 milligrammes d'azote uréique (voir remarque 5) et introduire cette prise d'essai dans un ballon jaugé de 500 ml.

Ajouter 1 g de charbon actif (réactif 7), 400 ml d'eau (réactif 1), 5 ml de Carrez I (réactif 5) et 5 ml de Carrez II (réactif 6).

Agiter pendant une demi-heure au cultivateur. Porter au volume de 500 ml avec de l'eau (réactif 1), mélanger et filtrer.

**b. Analyse**

Pipetteer in een bekerglas van 100 ml van het heldere filtraat een hoeveelheid van ten hoogste 20 ml af, waarin ten hoogste 9 mg ureumstikstof aanwezig is. Voeg zo nodig water toe tot een volume van 20 ml verkregen is.

40 ml azijnzuur (reagens 2) toevoegen en druppelsgewijs en al roerend 10 ml nanthydrolopplossing (reagens 3). Vervolgens wordt nog 1 à 2 minuten geroerd, eventueel na enkele ogenblikken wachten tot zich een neerslag gevormd heeft. Na een nacht rusten het neerslag met zo weinig mogelijk ethanol overbrengen in een tevens bij 130° C gedroogd en na afkoeling gewogen filtreerkransje en driemaal met 5 ml ethanol (reagens 4) wassen.

(Men dient slechts een lichte drukvermindering toe te passen tijdens het filtreren. Het is niet nodig het azijnzuur kwantitatief te verwijderen). Een uur drogen bij 130° C.

Laten afkoelen in een desiccator en vervolgens snel wegen.

$$\text{Percent ureumstikstof} = 666,3 \times \frac{m}{v}$$

m = gewicht van het neerslag in grammen

v = afgemeten volume analyseoplossing in milliliter.

**7. Controle**

a. Een blancoproef uitvoeren om de zuiverheid van de reagentia te controleren.

b. Om de nauwkeurige uitvoering na te gaan een analyse uitvoeren met een aliquot deel van een vers bereide oplossing ureum p.a. (reagens 6) bevattende hoogstens 9 mg ureum.

**8. Uitspraak van het resultaat.**

De analyse-uitslag uitdrukken in percenten ureumstikstof (N) aanwezig in de meststof zoals deze voor analyse werd ontvangen.

**b. Analyse**

Introduire à la pipette dans un flacon de 100 ml, une quantité de filtrat liquide de 20 ml au maximum, qui ne peut contenir plus de 9 mg d'azote uréique. Ajouter éventuellement de l'eau jusqu'à obtention d'un volume de 20 ml.

Ajouter 40 ml d'acide acétique (réactif 2) et, en agitant à la baguette, goutte à goutte, 10 ml de la solution de nanthydrolo (réactif 3). Agiter encore 1 à 2 minutes à la baguette, après avoir attendu le cas échéant quelques instants jusqu'à ce que le précipité se soit formé. Après avoir laissé reposer une nuit, transférer le précipité, avec une quantité aussi faible que possible d'éthanol, dans un creuset filtrant préalablement séché à 130°C et pesé après refroidissement : laver trois fois avec 5 ml d'éthanol (réactif 4).

(Il s'établit qu'un vide peu poussé pendant la filtration. Il n'est pas nécessaire d'éliminer quantitativement l'acide acétique). Sécher une heure à 130° C. Laisser refroidir dans un desiccateur et peser ensuite rapidement.

$$\text{Pourcentage d'azote uréique} = 666,3 \times \frac{m}{v}$$

m = poids du précipité, en grammes;

v = volume prélevé de la solution destinée à l'analyse, en millilitres.

**7. Vérifications**

a. Faire un essai à blanc afin de contrôler la pureté des réactifs.

b. En vue de contrôler l'exécution correcte de la technique analytique, effectuer l'analyse d'une partie aliquote d'une solution fraîchement préparée d'urée p.a. (réactif 6), contenant au maximum 9 mg d'urée.

**8. Expression du résultat**

Exprimer le résultat de l'analyse en pourcentage d'azote uréique (N) se trouvant dans l'engrais tel qu'il est présenté pour l'analyse.



8. Opmerkingen.

- 1) Het kan soms nodig zijn de hoeveelheden Carres I en Carres II te verdubbelen indien geen helder filtraat verkregen wordt met de voorgeschreven hoeveelheden. Vooral indien eiwitten aanwezig zijn die met water gemakkelijk een colloïdale suspensie geven, en/of bij aanwezigheid van gekleurde verbindingen (b.v. bloedmoel) is de hoeveelheid van 1 g actieve kool ontoereikend en dient men 1 1/2 g actieve kool toe te voegen.
- 2) Cyanamide-stof stooft op zich zelf de bepaling niet. Echter dient vernomen te worden dat het bereiden der oplossing te lange tijd in beslag neemt; of dat de waterige oplossingen langer blijven staan dan nodig is; een en ander staat in verband met geleidelijke omzetting van cyanamide in ureum.
- 3) Tijdens het neerslaan van ureum met xanthidrolreagens is het noodzakelijk dat de hand gehouden wordt aan de verhouding van 20 ml waterige oplossing en 40 ml azijnzuur.
- 4) Indien het neerslag na het langzaam en geleidelijk toevoegen van het xanthidrolreagens niet reeds is ontstaan of niet vrijwel onmiddellijk daarna ontstaat, dient men de bepaling over te doen naar met 10 ml van een 10% oplossing van xanthidrol in methanol of ethanol.
- 5) In gevallen van hoge concentraties aan ureumstikstof en zeker wanneer het monster meer dan 9% ureumstikstof bevat, verdient het aanbeveling om geen kleiner aliquot dan 10 ml van de bereide oplossing te nemen en in plaats van met een 5% xanthidroloplossing, met een 10% xanthidroloplossing de ureum neer te slaan. Indien het monster meer dan 18% ureumstikstof bevat dient men een passende tussenverduunning te maken en daarmee bij de berekening van het percentage rekening te houden.

9. Opmerkingen.

- 1) Il est parfois nécessaire de doubler les quantités de Carres I et Carres II lorsque le filtrat obtenu avec les quantités prescrites n'est pas limpide. C'est surtout le cas en présence de protéines qui forment facilement des suspensions colloïdales dans l'eau et/ou en présence de substances colorantes (p.e. farine de sang), que la quantité de 1 g de charbon actif est insuffisante et qu'il est nécessaire d'en utiliser 1 1/2 g.
- 2) L'azote cyanamidé ne gêne pas le dosage. Il faut cependant éviter que la préparation de la solution ne prenne trop de temps, ou que les solutions aqueuses ne soient laissées en repos plus longtemps que nécessaire dans ces deux cas une transformation graduelle de cyanamide en urée peut se produire.
- 3) Pendant la précipitation de l'urée au moyen de xanthidrol, il est indispensable de maintenir le rapport de 20 ml de solution aqueuse pour 40 ml d'acide acétique.
- 4) Lorsque le précipité ne s'est pas encore formé après l'addition lente et graduelle du réactif au xanthidrol ou ne se forme pas immédiatement après, l'analyse doit être recommencée mais avec 10 ml d'une solution à 10% de xanthidrol dans le méthanol ou l'éthanol.
- 5) Dans les cas où la concentration en azote uréique est élevée, et, en tout cas, lorsque l'échantillon contient plus de 9% d'azote uréique il est conseillé de prélever une partie aliquote de la solution préparée, d'au moins 10 ml, et d'effectuer la précipitation de l'urée avec une solution de xanthidrol à 10% au lieu de la solution à 5%. Lorsque l'échantillon contient plus de 18% d'azote uréique, effectuer une dilution intermédiaire appropriée et en tenir compte lors de calcul du résultat.

Methode BNI-N-6 : Bepaling van ureumstikstof (tot en met 3 %) bij aanwezigheid van organische stof

Méthode BNI-N-6 : Détermination de l'azote uréique (jusque 3 %) en présence de matières organiques

1. Principe

Ureum wordt omgezet door middel van urease in ammoniak, die getitreeerd wordt met gesteld zoutzuur.

1. Principe

L'urée est transformée, au moyen d'urease en ammoniac que l'on titre par de l'acide chlorhydrique titré.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren opgenomen in de bijlage van de reglementering welke tot en met 3 % ureumstikstof, maar welke geen ureumverbindingen bevatten.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises figurant à l'annexe de la réglementation ne contenant pas plus de 3 % d'azote uréique, mais ne contenant pas de composés d'urée.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

Voir Chapitre I.

4. Reagentia

Gedestilleerd of gedemineraliseerd water vrij van elke stikstofverbinding.

4. Réactifs

Eau distillée ou déminéralisée exempte de composé azoté quelconque.

- 4.1. Zoutzuur, verdund 1 + 1
- 4.2. Verzadigde bariumhydroxyde-oplossing
- 4.3. Natriumcarbonatoplossing, 100 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3/1$
- 4.4. Zoutzuuroplossing, 2 N
- 4.5. Natrium- of kaliumhydroxyde-oplossing 0,1 N, gesteld
- 4.6. Zoutzuuroplossing, 0,1 N, gesteld
- 4.7. Urease-oplossing : 0,5 mg actieve urease suspenderen in 100 ml gedestilleerd water. Met een zoutzuuroplossing 0,1 N (4.6), met behulp van een pH-meter (5.3) op pH 5,4 brengen

- 4.1. Acide chlorhydrique dilué 1 + 1
- 4.2. Solution saturée d'hydroxyde de barium
- 4.3. Solution de carbonate de sodium, 100 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3/1$
- 4.4. Solution d'acide chlorhydrique, 2 N
- 4.5. Solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium 0,1 N
- 4.6. Solution titrée d'acide chlorhydrique 0,1 N
- 4.7. Solution d'urée : suspendre 0,5 mg d'urée active dans 100 ml d'eau distillée. A l'aide d'un pH-mètre (5.3) porter le pH à 5,4 avec une solution d'acide chlorhydrique 0,1 N (4.6)

4.8. Mengindicator :

Oplossing A : los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxydoplossing 0,1 N en vul aan met water tot 1 l.

Oplossing B : los 1 g methyleenblauw op in water en vul aan tot 1 l.

Meng 1 volumedeel van oplossing A met 2 volumedelen van oplossing B. Deze indicator is in zuur midden violet, in neutraal grijs en in alkalisch groen. Gebruik van deze oplossing 0,5 ml (10 druppels).

5. Apparatuur

5.1. Roteermolen, 35 tot 40 omwentelingen per minuut

5.2. Toestel voor bepaling van de ureumstikstof (zie figuur 7 van pag. 54 van Publicatieblad L213).

5.3. pH-motor

6. Uitvoering

Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 10 g van het monster af en doe dit in een maatkolf van 500 ml. Voeg hieraan 50 ml water toe en vervolgens 20 ml verdund zoutzuur (4.1.). Zwenk om en laat staan tot een eventuele koolzuurontwikkeling beëindigd is. Voeg vervolgens 400 ml water toe en laat het mengsel gedurende een half uur in de roteermolen draaien. Breng op volume door aanvulling met water, homogeniseer de oplossing en filtreer over een droog filter in een droge kolf.

Pipetteer met behulp van een precisiepipet in een maatkolf van 500 ml een aliquot deel van het filtraat dat niet meer dan 250 mg ureumstikstof bevat.

4.8. Mélange d'indicateur :

Solution A : dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N et porter à 1 l avec de l'eau.

Solution B : dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans de l'eau et porter à 1 l.

Mélanger 1 volume de la solution A et 2 volumes de la solution B. Cet indicateur est violet en solution-acide, gris en solution neutre et vert en solution alcaline. Utiliser 0,5 ml (10 gouttes) de cette solution.

5. Appareillage

5.1. Agitateur rotatif, 35 à 40 tours par minute.

5.2. Appareil pour la détermination de l'azote uréique (voir figure 7, page 54 du Journal officiel L213).

5.3. pH-mètre

6. Exécution

Peser, à 1 mg près, 10 g de l'échantillon et les introduire dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 50 ml d'eau puis 20 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.1.). Agiter et laisser reposer jusqu'à cessation du dégagement éventuel de dioxyde de carbone. Ajouter ensuite 400 ml d'eau et agiter pendant une demi-heure au moyen de l'agitateur. Porter au volume avec de l'eau, homogénéiser la solution et filtrer sur filtre sec dans un récipient sec.

A l'aide d'une pipette de précision, pipeter, dans un ballon jaugé de 500 ml, une partie aliquote du filtrat ne contenant pas plus de 250 mg d'azote uréique.



Voeg ter verwijdering van fosfaten zoveel verzadigde bariumhydroxyde-oplossing (4.2) toe, dat een nieuwe toevoeging geen precipitatie meer veroorzaakt. Verwijder de overmaat bariumionen (en de eventueel opgeloste calciumionen) met behulp van natriumcarbonaatoplossing 100 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3/1$  (4.3). Laat bezinken en controleer of de precipitatie volledig is. Vul aan, meng en filtreer door een vuilfilter. Pipetteer met behulp van een precisiepipet 50 ml van het filtraat in de conische kolf van 300 ml van het toestel (5.2). Breng het zoutzuur 2 N (4.4) op een pH van 3,0 met behulp van een pH-meter (5.3). Breng de pH ten slotte op 5,4 met behulp van natriumhydroxyde-oplossing 0,1 N (4.5).

Om ammoniakverlies tijdens de omzetting met behulp van urease te voorkomen, wordt de conische kolf gesloten door middel van een doorboorde rubber stop, voorzien van een trechter met kraan en een opvanginrichting, welke laatste precies 2 ml gesteld zoutzuur 0,1 N (4.6) bevat. Voeg via de trechter 20 ml urease-suspensie (4.7) toe en laat gedurende 1 uur staan bij 20 à 25° C. Pipetteer vervolgens met behulp van een precisiepipet 25 ml gesteld zoutzuur 0,1 N (4.6) in de trechter, laat deze in de oplossing vloeien en spoel na met een weinig water. Spoel eveneens de inhoud van de opvanginrichting kwantitatief over in de kolf. Titreer de overmaat zuur met gestelde natrium- of kaliumhydroxyde-oplossing 0,1 N (4.5) tot pH 5,4 met behulp van een pH-meter (5.3).

#### Ongereinigden

- 1) Na precipitatie door de bariumhydroxyde- en natriumcarbonaatoplossingen zo snel mogelijk aanvullen tot de maatstreep, filteren en op de juiste pH brengen.

Pour précipiter les phosphates, ajouter une quantité convenable de solution saturée d'hydroxyde de barium (4.2) jusqu'à ce qu'une nouvelle addition ne produise plus de précipité. Éliminer l'excédent des ions barium (et des ions calcium éventuellement dissous) à l'aide de solution de carbonate de sodium, 100 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3/1$  (4.3). Laisser déposer et contrôler si la précipitation est totale. Porter au trait, mélanger et filtrer sur un filtre plissé.

À l'aide d'une pipette de précision, pipeter 50 ml du filtrat dans le vase conique de 300 ml de l'appareil (5.2). Acidifier au moyen d'acide chlorhydrique 2 N (4.4) jusqu'au pH de 3,0 mesuré au pH-mètre (5.3). Amener ensuite le pH à 5,4 à l'aide d'hydroxyde de sodium 0,1 N (4.5). Pour éviter les pertes d'ammoniac lors de l'hydrolyse par l'urée, obturer le vase conique au moyen d'un bouchon de caoutchouc perforé, muni d'un entonnoir à robinet et d'un récipient contenant exactement 2 ml d'une solution titrée d'acide chlorhydrique 0,1 N (4.6). Introduire par l'entonnoir 20 ml de solution d'urée (4.7) et laisser reposer pendant 1 heure à 20-25° C. Pipeter ensuite, à l'aide d'une pipette de précision, 25 ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique 0,1 N (4.6) dans l'entonnoir, laisser couler dans la solution et rincer avec un peu d'eau. Transférer quantitativement le contenu du récipient dans le vase. Tirer en retour l'excès d'acide au moyen de la solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium 0,1 N (4.5) jusqu'à obtention d'un pH de 5,4 mesuré au pH-mètre (5.3).

#### Reinigen

- 1) Après précipitation par les solutions d'hydroxyde de barium et de carbonate de sodium, porter au trait, filtrer et ajuster au pH exact le plus rapidement possible.

2) De titratie kan ook worden uitgevoerd met behulp van de indicator (4.8), de omslag is hierbij echter moeilijker waarneembaar.

2) La titration peut également s'effectuer au moyen de l'indicateur (4.8) mais le point de virage est alors plus difficile à observer.

### 7. Blancoproef

Maak een blanco bepaling onder dezelfde omstandigheden en houdt hiermede rekening bij het berekenen van het eindresultaat.

### 7. Essai à blanc

Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions et en tenir compte dans le calcul du résultat final.

### 8. Uitdrukking van het resultaat

$$\% \text{ N ureum} = \frac{(a - A) \cdot 0,14}{m}$$

waarin :

a = aantal ml gestelde natrium- of kaliumhydroxyde-oplossing 0,1 N (4.5), gebruikt bij de blancobepaling, uitgevoerd onder precies dezelfde omstandigheden als de analyse.

A = aantal ml gestelde natrium- of kaliumhydroxyde-oplossing 0,1 N (4.5) gebruikt bij de analyse.

m = massa van het monster, uitgedrukt in g, aanwezig in het aliquot gedeelte, genomen voor de analyse.

### 8. Expression des résultats

$$\text{N uréique } \% = \frac{(a - A) \cdot 0,14}{m}$$

où :

a = le nombre de ml de solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium 0,1 N (4.5) utilisés pour l'essai à blanc, effectué exactement dans les mêmes conditions que l'analyse.

A = nombre de ml de solution titrée d'hydroxyde de sodium ou de potassium 0,1 N (4.5) utilisés pour l'analyse.

m = masse de l'échantillon, exprimée en g, présente dans la partie aliquote prélevée pour l'analyse.

### 9. Verificatie van de resultaten

Controleer voor elke analyse de goede werking van de apparatuur en de juiste uitvoering van de techniek met een standaardoplossing waarin ureumstikstof in ongeveer overeenkomstige hoeveelheid aan die van het monster aanwezig is. Deze standaardoplossing wordt bereid uit een vers bereide ureumoplossing van bekende concentratie.

### 9. Vérification des résultats

Préalablement à chaque analyse, contrôler le bon fonctionnement des appareils et l'exécution correcte des techniques avec une solution étalon renfermant de l'azote uréique en proportions voisines de celles de la prise d'essai. Cette solution étalon est préparée à partir d'une solution d'urée titrée fraîchement préparée.

Methode BNI-N-7 : Bepaling van de in pepsine-zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof

1. Principes.

De waar wordt in zoutzuur milieu aan de inwerking van pepsine onderworpen. De opgeloste organische stikstof wordt bepaald in het filtraat volgens de methode E.E.G. 2.6.1.

2. Toepassingsgebied

Vismeel, diernmeel, varenmeel, heendermeel, wolafval, ledermeel, bijprodukten van de bewerking van vellen, galaliet in poeder, hoornmeel en andere produkten van dierlijke oorsprong.

3. Voorbereiding van het analysemonster

Indien het voor analyse bestende monster aan de in de reglementering gestelde fijnheidseisen voldoet (ten minste 70 % door de zeef met openingen van 1 mm en ten minste 90 % door de zeef van 2 mm) dan alleen wordt de analyse uitgevoerd op het monster als zodanig, na zeer zorgvuldig mengen.

Indien het voor analyse bestende monster van wolafval of bijprodukten van de bereiding van vellen (produkten waaraan in de reglementering geen fijnheidseisen zijn gesteld) voor ten minste 90 % door de zeef met openingen van 2 mm gaat, dan wordt de analyse uitgevoerd op het monster als zodanig, na zeer zorgvuldig mengen.

In andere gevallen wordt het volledige monster, al naar zijn aard, tot zeer kleine stukjes gesneden en/of ontvet, en/of voorge droogd, ten inde het te kunnen malen tot het zo mogelijk door de zeef met openingen van 2 mm gaat.

H.B. De produkten met veel vocht en/of vet worden voorafgaand vorge droogd respectievelijk ontvet.

Méthode BNI-N-7 : Détermination de l'azote organique soluble par la pepsine en milieu chlorhydrique

1. Principes

Le produit est soumis à l'action de la pepsine en milieu chlorhydrique. L'azote organique solubilisé est déterminé dans le filtrat selon la méthode C.E.E. 2.6.1.

2. Domaine d'application

Farine de poisson, farine animale, farine de plumes, poudre d'os, déchets de laine, poudre de cuir, sous-produits du traitement des peaux, galalithe en poudre, poudre de corne et autres produits d'origine animale.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse.

Si l'échantillon destiné à l'analyse répond aux exigences réglementaires de finesse (au moins 70 % au tamis à ouvertures de 1 mm et au moins 90 % au tamis de 2 mm) il est convenablement mélangé et l'analyse est effectuée sur l'échantillon tel quel.

Pour les déchets de laine ou les sous-produits du traitement des peaux (produits pour lesquels aucune exigence réglementaire de finesse n'est fixée) l'analyse est effectuée sur l'échantillon non préparé et bien mélangé si celui-ci passe pour au moins 90 % au tamis à ouvertures de 2 mm.

Dans le cas contraire, l'échantillon entier est, selon sa nature, coupé en très petits fragments et/ou dégraissé, et/ou soumis à une prédessiccation afin de pouvoir procéder à la mouture et le faire passer si possible au tamis à ouverture de 2 mm.

H.B. Les produits contenant des teneurs élevées en humidité et/ou graisse sont prédesséchés et/ou dégraissés au préalable.

Het naar aanvullend gemengd monster in een droog hermetisch gesloten flesje bewaren.  
Men dient deze bewerkingen zo snel mogelijk uit te voeren.

#### 4. Apparatuur

- distilleertocstel, als beschreven bij methode E.E.G. 2.1.
- maatkolf van 500 ml
- waterbad of incubatietoef regelbaar bij  $40^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$
- precisiepipetten
- normale, goed gereinigde laboratorium apparatuur.

#### 5. Reagentia

- 1 Pepsine 35.000 e/g.
- 2 zoutzuur 8 n
- 3 zoutzuur 0,075 n
- 4 vers bereide pepsine oplossing 0,02 % in zoutzuur 0,075 n
- 5 antischuimmiddel
- 6 reagentia nodig voor de toepassing van methode E.E.G. 2.6.1.

#### 6. Analyse uitvoering

- a) In oplossing brengen van de organische stikstof.

Breng een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid analyse-materiaal van 2 g in een maatkolf van 500 ml. Voeg er 450 ml van de op 40°C verwarmde pepsine zoutzuur oplossing (reagens 4) bij en schuut zodanig dat er geen klonters gevormd worden. De pH waarde van de suspensie moet bij het begin van de proef lager zijn dan 1,7. De maatkolf wordt in een waterbad of een dampbadstoom geplaatst die op een temperatuur van  $40^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ}$  wordt gehouden. De maatkolf omschakelen na 8 u, 24 u en 32 u.  
Na 40u 15ml zoutzuur 8 n (reagens 2) toevoegen, de inhoud van de kolf afkoelen tot  $20^{\circ} \text{C}$ , aanvullen tot de streep met water en door een droog vouchefilter filtreren.

Lechantillon très soigneusement mélangé est conservé en flacon sec et hermétique.  
Ces opérations doivent être effectuées aussi rapidement que possible.

#### 4. Appareillage

- appareil à distiller décrit à la méthode C.E.E. 2.1.
- ballon jaugé de 500 ml
- bain d'eau ou étuve d'incubation réglé à  $40^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$
- pipettes de précision
- appareillage normal de laboratoire, bien nettoyé.

#### 5. Réactifs.

- 1 pepsine 35.000u/g.
- 2 acide chlorhydrique 8 n
- 3 acide chlorhydrique 0,075 n
- 4 solution fraîchement préparée à 0,02 % de pepsine dans l'acide chlorhydrique 0,075 n
- 5 Antimousse
- 6 réactifs nécessaires pour l'exécution de la méthode C.E.E. 2.6.1.

#### 6. Technique analytique

- a) Mise en solution de l'azote organique.

Peser 2 g de la substance à 1 mg près et les introduire dans une fiole jaugée de 500 ml. Ajouter 450 ml de la solution de pepsine chlorhydrique chauffée à  $40^{\circ} \text{C}$  et agiter de façon telle qu'il ne se forme pas de grumeaux. La valeur du pH de la suspension doit être inférieure à 1,7 au début de l'essai. La fiole est ensuite maintenue à  $40^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$  dans un bain d'eau ou une étuve à incubation. Agiter le contenu de la fiole après 8 h, 24 h et 32 h. Après 48 h ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique 8 n, refroidir le contenu de la fiole à  $20^{\circ} \text{C}$ , ajuster au trait de jauge avec de l'eau et filtrer sur filtre plissé sec.

## b) Bepaling van de stikstof

Bring in een destructiekolf een aliquoot deel van het filtraat b.v. 250 ml; voeg enkele glasparsels en de reagentia, benodigd voor de destructie (zie E.E.G 2.6.1) toe en verhit. Houd de oplossing krachtig aan de kook en voeg, indien een sterke schuimvorming plaats vindt een weinig anti-schuimmiddel (reagens 5) toe. Verwijder, wanneer het grootste gedeelte van het water uitgedreven is, de laatste resten daarvan voorzichtig onder vermindering van de warmtetoevoer.

## c) Blanco proef

Het gehalte stikstof in pepsine kan variëren per aangekochte hoeveelheid. Derhalve is een blancoproef noodzakelijk. Bepaal de stikstof in het verkregen filtraat, met dezelfde hoeveelheden pepsine en zoutzuur als voor de eigenlijke bepaling.

## d) Bepaling van het gehalte aan stikstof totaal

In de waar het gehalte aan stikstof totaal bepalen volgens de methode E.E.G. 2.6.1.

7. Uitdrukking van het resultaat.

Het gehalte aan in pepsine zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof uitgedrukt als percentage van het organisch gebonden stikstof gehalte :

$$\frac{100 (b - c)}{d}$$

b = N gehalte gevonden in b)

c = N gehalte gevonden in c)

d = N gehalte gevonden in d)

## b) Dosage de l'azote.

Introduire dans un ballon Kjeldahl une partie aliquote du filtrat, p.e. 250 ml; ajouter quelques perles de verre et les réactifs nécessaires à la destruction (voir C.E.E. 2.6.1.) et chauffer. Maintenir la solution à vive ébullition et si une quantité importante de mousse se forme, y ajouter quelques gouttes d'antimousse (réactif 5). Lorsque la plus grande partie de l'eau est évaporée, éliminer le restant d'eau avec précaution en modérant le chauffage.

## c) Essai à blanc

La teneur en azote de la pepsine peut varier d'un achat à l'autre. Un essai à blanc est donc nécessaire. Meser l'azote dans le filtrat obtenu en utilisant les mêmes quantités de pepsine et d'acide chlorhydrique que dans l'essai principal.

## d) Dosage de l'azote total.

Déterminer dans le produit le teneur en azote total selon la méthode C.E.E. 2.6.1.

7. Expression du résultat.

La teneur en azote organique soluble dans la pepsine chlorhydrique, exprimée en pour-cent de l'azote organique :

$$\frac{100 (b - c)}{d}$$

b = teneur en N trouvée en b)

c = teneur en N trouvée en c)

d = teneur en N trouvée en d).

Methode BNL-N-3 : Bepaling van  
stikstof gelijktijdig onder diverse  
vormen aanwezig, in aanwezigheid van  
organische stof

Méthode BNL-N-3 : Détermination  
de l'azote présent simultanément sous  
diverses formes, en présence de  
matières organiques

1) Bepaling van ammoniumstikstof en  
organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-1
- b) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2
- c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)

1) Détermination de l'azote ammonia-  
cal et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-1
- b) Azote ammoniacal : selon BNL-N-2
- c) Azote organique : par différence entre a) et b)

2) Bepaling van nitraatstikstof en  
organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)

2) Détermination de l'azote nitrique  
et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- c) Azote organique : par différence entre a) et b)

3) Bepaling van ureumstikstof en  
organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-1
- b) Ureumstikstof : volgens BNL-N-5 of 6
- c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)

3) Détermination de l'azote uréique  
et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-1
- b) Azote uréique : selon BNL-N-5 ou 6
- c) Azote organique : par différence entre a) et b)

4) Cyanamidestikstof en organische  
stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-1
- b) Cyanamidestikstof : volgens EEG 2.4
- c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)

4) Azote cyanamidé et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-1
- b) Azote cyanamidé : selon CEE 2.4
- c) Azote organique : par différence entre a) et b)

5) Ammoniumstikstof, nitraatstikstof  
en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2, werkwijze c)
- c) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

5) Azote ammoniacal, nitrique et  
organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote ammoniacal : selon BNL-N-2, technique analytique c)
- c) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- d) Azote organique : par différence entre a) et (b+c)

6) Nitraatstikstof, cyanamidestikstof  
en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- c) Cyanamidestikstof : volgens EEG 2.4
- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

6) Azote nitrique, cyanamidé et  
organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- c) Azote cyanamidé : selon CEE 2.4
- d) Azote organique : par différence entre a) et (b+c)

7) Ureumstikstof, cyaanamidestikstof en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-1
- b) Ureumstikstof : volgens BNL-N-6
- c) Cyaanamidestikstof : volgens EEG 2.4
- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

8) Ammoniumstikstof, ureumstikstof en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-1
- b) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2
- c) Ureumstikstof : volgens BNL-N-6
- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

9) Nitraatstikstof, ureumstikstof en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Ureumstikstof : volgens BNL-N-6
- c) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

10) Ammoniumstikstof, nitraatstikstof, ureumstikstof en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- c) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2
- d) Ureumstikstof : volgens BNL-N-6
- e) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c+d)

11) Nitraatstikstof, ureumstikstof, cyaanamidestikstof en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- c) Ureumstikstof : volgens BNL-N-6
- d) Cyaanamidestikstof : volgens EEG 2.4
- e) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c+d)

12) Ammoniumstikstof, nitraatstikstof, ureumstikstof, cyaanamidestikstof en organische stikstof

- a) Stikstof totaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
- c) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2
- d) Ureumstikstof : volgens BNL-N-6
- e) Cyaanamidestikstof : volgens EEG 2.4
- f) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c+d+e)

7) Azote uréique, cyanamidé et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-1
- b) Azote uréique : selon BNL-N-6
- c) Azote cyanamidé : selon CEE 2.4
- d) Azote organique : par différence entre a) et (b+c)

8) Azote ammoniacal, uréique et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-1
- b) Azote ammoniacal : selon BNL-N-2
- c) Azote uréique : selon BNL-N-6
- d) Azote organique : par différence entre a) et (b+c)

9) Azote nitrique, uréique et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote uréique : selon BNL-N-6
- c) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- d) Azote organique : par différence entre a) et (b+c)

10) Azote ammoniacal, nitrique, uréique et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- c) Azote ammoniacal : selon BNL-N-2
- d) Azote uréique : selon BNL-N-6
- e) Azote organique : par différence entre a) et (b+c+d)

11) Azote nitrique, uréique, cyanamidé et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- c) Azote uréique : selon BNL-N-6
- d) Azote cyanamidé : selon CEE 2.4
- e) Azote organique : par différence entre a) et (b+c+d)

12) Azote ammoniacal, nitrique, uréique, cyanamidé et organique

- a) Azote total : selon BNL-N-4
- b) Azote nitrique : selon BNL-N-3
- c) Azote ammoniacal : selon BNL-N-2
- d) Azote uréique : selon BNL-N-6
- e) Azote cyanamidé : selon CEE 2.4
- f) Azote organique : par différence entre a) et (b+c+d+e)

Methode BNI-P-1-1 : Extractie van fosfor oplosbaar in mineraal zuur bij aanwezigheid van organische stof

### 1. Principe

Het monster wordt ontsloten door middel van zwavelzuur en salpeterzuur in aanwezigheid van kopersulfant.

De bepaling van het in oplossing gebrachte  $P_2O_5$  wordt uitgevoerd volgens de E.E.G.-methode 3.2.

### 2. Toepassingsgebied

Voor alle waren voorkomende in de bijlage van de reglementering waarin het gehalte aan fosforzuurhydride oplosbaar in mineraal zuur gewaarborgd mag worden en waarin meer dan geringe hoeveelheden organische stof aanwezig zijn.

### 3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

### 4. Apparatuur

1. Kjeldahlkolven van circa 700 ml.
2. Maatkolven van 500 ml.
3. Normale laboratoriumapparatuur.

### 5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water.
- (2) Zwavelzuur, d = 1,84.
- (3) Salpeterzuur, d = 1,40.
- (4) Kopersulfant ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).

Méthode BNI-P-1-1 : Extraction du phosphore soluble dans les acides minéraux en présence de matières organiques

### 1. Principe

L'échantillon est traité au moyen d'acide sulfurique et d'acide nitrique en présence de sulfate de cuivre.

Le dosage du  $P_2O_5$  mis en solution est effectué selon la méthode C.E.E. 3.2.

### 2. Domaine d'application

Applicable à toutes les marchandises figurant à l'annexe de la réglementation pour lesquelles la teneur en anhydride phosphorique soluble dans un acide minéral peut être garantie et contenant plus que des faibles quantités de matière organique.

### 3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

Voir Chapitre I.

### 4. Appareillage

1. Ballon de Kjeldahl d'environ 700 ml.
2. Ballons jaugés de 500 ml.
3. Appareillage normal de laboratoire.

### 5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou déminéralisée.
- (2) Acide sulfurique, d = 1,84.
- (3) Acide nitrique, d = 1,40.
- (4) Sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ).



6. Analyse-uitvoering

A. Bereiding van de oplossing

5 g van het bereide monster op 1 mg nauwkeurig afwegen en in een droge Kjeldahlkolf (apparatuur 1) brengen.

15 ml water (reagens 1) toevoegen en omzwenken om de stof in suspensie te brengen. Vervolgens circa 0,5 g koper-sulfaat (reagens 4), 20 ml salpeter-zuur (reagens 3) en voorzichtig 30 tot 40 ml zwavelzuur (reagens 2) toevoegen. Bij eventueel optreden van een sterke reactie, wachten tot beëindiging hiervan. Langzaam tot koken brengen en koken tot de vloeistof helder geworden is. Zo nodig (d.w.z. indien na een half uur koken de vloeistof nog niet helder is) na enig afkoelen, een weinig salpeter-zuur (reagens 3) toevoegen en opnieuw koken. Deze bewerking eventueel herhalen tot het bekomen van een heldere vloeistof. Tenslotte flink doorkoken tot optreden van witte zwavelzuurdampen. Een weinig laten afkoelen en dan voorzichtig, onder omzwenken, circa 300 ml water (reagens 1) toevoegen. Volledig afkoelen en de vloeistof kwantitatief overbrengen in een maatkolf van 500 ml. Tot volume brengen, mengen en filtreren.

B. Bepaling

Een nauwkeurig afgemeten aliquot gedeelte van de oplossing, dat maximaal 15 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> bevat, in een Erlenmeyer-korf van circa 500 ml brengen en vervolgens handelen zoals beschreven in de E.E.G.-methode 3.2. zonder toepassing van punt 6.2.

7. Uitdrukking van het resultaat

% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> oplosbaar in mineraal zuur :

$$\frac{3,207 \times a}{b}$$

a = gewicht in g van de neerslag, verkregen volgens 3.2.

b = gewicht in g van de hoeveelheid monster aanwezig in het aliquot gedeelte.

6. Technique analytique

A. Préparation de la solution

Peser, à 1 mg près, 5 g de l'échantillon préparé et introduire cette prise d'essai dans un ballon sec de Kjeldahl (appareillage 1). Ajouter 15 ml d'eau (réactif 1) et agiter afin de mettre la substance en suspension. Ajouter ensuite environ 0,5 g de sulfate de cuivre (réactif 4), 20 ml d'acide nitrique (réactif 3) et prudemment 30 à 40 ml d'acide sulfurique (réactif 2). Lorsqu'une réaction violente se produit, attendre jusqu'à ce qu'elle soit terminée. Porter lentement à ébullition et maintenir à ébullition jusqu'à ce que le liquide soit devenu limpide. Si nécessaire, (c.à.d. si, après ébullition pendant une demi-heure, le liquide n'est pas devenu limpide), ajouter après avoir refroidi quelque peu, une faible quantité d'acide nitrique (réactif 3) et porter à nouveau à ébullition. Répéter cette opération jusqu'à obtention d'un liquide limpide. Finalement faire bouillir vivement jusqu'à apparition de vapeurs sulfuriques blanches. Laisser refroidir un peu et ajouter ensuite prudemment tout ce qui est resté, environ 300 ml d'eau (réactif 1). Refroidir complètement et transvaser le liquide quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter au volume, mélanger et filtrer.

B. Détermination

Introduire une partie aliquote, exactement mesurée, de la solution contenant au maximum 15 mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, dans une fiole conique d'environ 500 ml et poursuivre comme décrit à la méthode C.E.G. 3.2., en ne mettant pas en application le point 6.2.

7. Expression du résultat

% de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> soluble dans un acide minéral :

$$\frac{3,207 \times a}{b}$$

a = poids en g du précipité, obtenu selon 3.2.

b = poids en g de la quantité d'échantillon présente dans la partie aliquote.

Methode BNL-P-1-2 : Extractie van fosfor oplosbaar in mineraal zuur bij aanwezigheid van organische stof

Hiervoor wordt de E.E.G.-methode 3.1.6. aangewend.

Nochtans dient in geval van een grote hoeveelheid organische stof in de extracten, te worden gedestruerd volgens de methode BNL-P-1-1 Analyse uitvoering 2e lid

Methode BNL-P-2

- Bepaling van fosfor in extracten bij aanwezigheid van organische stof

In dit geval wordt gedestruerd volgens methode BNL-P-1-1 analyse uitvoering 2de lid. Daarna wordt de dosering uitgevoerd volgens de E.E.G.-methoden 3.2.

Méthode BNL-P-1-2 : Extraction du phosphore soluble dans l'eau en présence de matières organiques

Utiliser en l'occurrence la méthode C.E.E. 3.1.6.

Toutefois, si les extraits renferment une grande quantité de matières organiques, il y a lieu de minéraliser selon la méthode BNL-P-1-1, technique analytique 2ème alinéa.

Methode BNL-P-2

- Dosage du phosphore extrait en présence de matières organiques

Dans ce cas, il y a lieu de minéraliser selon la méthode BNL-P-1-1, technique analytique 2ème alinéa. Ensuite le dosage est effectué selon la méthode C.E.E. 3.2.

Methode BNI-K-1 : Bepaling van kalium oplosbaar in water bij aanwezigheid van organische stof

Hiervoor wordt de E.E.G.-methode 4.1. aangewend met de volgende wijzigingen van punt 7.2. : Bereiding van het aliquot gedeelte voor de ncerulag.

Pipetteer een aliquot deel oplossing dat ten hoogste 100 mg K<sub>2</sub>O bevat in een bekersglas van 250 ml. Voeg 5 ml broomwater (verzadigde oplossing van broom in water) toe, kook het broom uit, koel af. Spoel over in een maatkolf van 100 ml, voeg circa 0,5 g actieve kool (van dusdanige kwaliteit dat kalium-ionen noch geadsorbeerd, noch afgegeven worden) toe en schud krachtig. Vul met water aan tot 100 ml, meng en filtreer.

Pipetteer van het filtraat 50 ml af in een bekersglas van 250 ml, voeg 10 ml E.D.T.A.-oplossing (4 g diatriusethyleen-diaminetetra-acetaat in 100 ml water) toe en 1 ml natriumhydroxide-oplossing circa 10 n. Kook een kwartier zachtjes om de eventueel aanwezige ammoniak grotendeels uit te drijven. Voeg zonedig water toe tot 60 ml, breng de oplossing aan de kook en voeg toe 10 ml formal (25 % g/v) toe. Laat het bekersglas afgedekt met een horlogeglas, gedurende 15 minuten op het kokend waterbad staan.

Vervolg met punt 7.3. van de E.E.G.-methode 4.1.

Méthode BNI-K-1 : Détermination du potassium soluble dans l'eau en présence de matières organiques

Utiliser à cet effet la méthode C.E.E. 4.1. avec les modifications suivantes pour le point 7.2. : Préparation de la partie aliquote en vue de la précipitation

Introduire à la pipette une partie aliquote de solution contenant au maximum 100 mg de K<sub>2</sub>O dans un bécber de 250 ml. Ajouter 5 ml d'eau de brome (solution saturée de brome dans l'eau) et faire bouillir jusqu'à élimination du brome. Transvaser dans un ballon jaugé de 100 ml, ajouter environ 0,5 g de charbon actif (de qualité telle qu'il n'absorbe ni ne libère des ions de potassium), agiter énergiquement. Compléter jusqu'à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer. Pipeter 50 ml du filtrat dans un bécber de 250 ml, ajouter 10 ml de solution de E.D.T.A. (4 g de sel disodique dihydraté de l'acide éthyène diamino-tetra-acétique dans 100 ml d'eau) et 1 ml de solution d'hydroxide de sodium environ 10 n. Faire bouillir doucement pendant 15 minutes pour éliminer la majeure partie de l'ammoniac éventuellement présent. Ajouter si nécessaire de l'eau jusqu'à 60 ml, porter la solution à ébullition et ajouter 10 ml de formal (25 % g/v). Placer le bécber, recouvert d'un verre de montre, pendant 15 minutes au bain-marie bouillant.

Poursuivre selon le point 7.3. de la méthode C.E.E. 4.1.

Methode BNL-Mg-1 : Bepaling van  
magnesium oplosbaar in water

Hiervoor wordt de E.E.G.-methode  
5.1 aangewend.

Méthode BNL-Mg-1 : Détermination du  
magnésium soluble dans l'eau

Application de la méthode C.E.E. 5.1.

Methode BNL-G1-1 : Bepaling van chloriden bij aanwezigheid van organische stof

1. Principe

Nadat de chloriden met water in oplossing zijn gebracht, worden de organische stoffen, welke bij de chloorbepaling volgens Volhard storten, verwijderd met actieve kool en met het reagens van Carrez. In het filtraat wordt het chloorgehalte volumetrisch volgens Volhard bepaald.

2. Toepassingsgebied

Voor al de waren voorkomende in de tabel en welke organische stof bevatten.

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

- Stohmannkolf van 500 ml ;
- roteerapparaat met een snelheid van 35 à 40 omwentelingen per minuut ;
- twee buretten met gecontroleerde onderverdeling ;
- conische kolf (Erlenmeyer) van 250 ml ;
- goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of geheel gedemineraliseerd water, vrij van chloriden.

(2) Actieve kool, gecontroleerd op afwezigheid van chloriden en andere halogenen en op de afwezigheid van een adsorptievermogen voor chloriden.

Méthode BNL-G1-1 : Détermination du chlore des chlorures en présence des matières organiques

1. Principe

Après la dissolution des chlorures dans l'eau, les matières organiques, qui gênent lors de la détermination du chlore selon Volhard, sont éliminées par du charbon actif et le réactif Carrez. Le chlore est dosé dans le filtrat par voie volumétrique selon Volhard.

2. Domaine d'application

Toutes les marchandises figurent au tableau et contenant des matières organiques.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Appareillage

- Ballon jaugé de Stohmann de 500 ml ;
- agitateur rotatif (culbuteur) : vitesse de 35 à 40 tours par minute ;
- deux burettes à graduation contrôlée ;
- vase conique (Erlenmeyer) de 250 ml ;
- verrerie bien nettoyée et appareillage de laboratoire.

5. Réactifs

(1) Eau distillée ou complètement déminéralisée, exempte de chlorures.

(2) Charbon actif, contrôlé pour l'absence de chlorures et autres halogénures et pour l'absence de son pouvoir adsorbant vis à vis de chlorure.

(3) a. Oplossing Carrez I : 23,8 g  
zinkacetaat ( $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2 aq$ )  
en 3 g ijszijn oplossen in ge-  
destilleerd water en tot het vo-  
lume van 100 ml brengen.

b. Oplossing Carrez II : 10,6 g  
kaliuhexacyanoferraat ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3$   
aq) oplossen in gedestilleerd water  
en tot het volume van 100 ml brengen.

(4) Reagentia nodig voor de bepaling van  
chloor van chloriden bij afwezigheid  
van organische stof, zie E.E.G.-  
methode 6.1.

6. Analysetechniek

Breng 5 g, tot op 1 mg nauwkeurig af-  
gewogen, van het monster met 1 g  
actieve kool (reagens 2) en ongeveer  
450 ml water (reagens 1) in een Stoh-  
mannkolf van 500 ml. Voeg 5 ml oplos-  
sion Carrez I (reagens 3-a) toe en  
zwenk om; voeg 5 ml oplossing Carrez  
II (reagens 3-b) toe. Laat gedurende  
½ uur roteren, vul met gedestilleerd  
water (reagens 1) aan tot 500 ml, meng  
en filtreer.

Pipetteer van het filtraat een hoeveel-  
heid af, welke niet meer dan 150 mg  
chloor bevat, bij voorbeeld 25 ml  
(0,25 g) 50 ml (0,5 g) of 100 ml (1 g)  
en bepaal het gehalte aan chloor volgens  
Volhard (zie methode voor de bepaling  
van chloor bij afwezigheid van organi-  
sche stof - E.E.G. 6.1.).

Opmerking

Voor lijnmeel of mengsels met veel lijn-  
meel of andere produkten met een hoog ge-  
halte aan slijststoffen wordt, na roteren,  
aanvullen en mengen niet gefiltreerd.  
Na bezinken (zonedig centrifugeren)  
wordt 100 ml van de bovenste vloeistof-  
laag, afgepipetteerd in een maatkolf  
van 200 ml, met aceton gemengd en na  
aanvullen tot 200 ml met aceton en nog-  
maals mengen, gefiltreerd, 100 ml van  
het filtraat wordt voor de eigenlijke  
bepaling gebruikt.

(3) a. Solution Carrez I : dissoudre  
23,8 g d'acetate de zinc ( $Zn$   
 $(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2 aq$ ) et 3 g d'acide  
acétique glacial dans de l'eau  
distillée et porter au volume  
de 100 ml.

b. Solution Carrez II : dissoudre  
10,6 g de ferrocyanure de potassium  
( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3 aq$ ) dans de l'eau  
distillée et porter au volume de  
100 ml.

(4) Réactifs nécessaires pour la déter-  
mination du chlore des chlorures  
en l'absence de matières organi-  
ques, voir méthode C.E.E. 6.1.

6. Technique analytique

Introduire 5 g de l'échantillon, pesés  
à 1 mg près, avec 1 g de charbon actif  
(réactif 2) et environ 450 ml d'eau  
(réactif 1) dans un ballon jaugé de  
Stohmann de 500 ml. Ajouter 5 ml de  
solution Carrez I (réactif 3a) et  
agiter; ajouter 5 ml de solution  
Carrez II (réactif 3-b). Agiter pen-  
dant une ½ heure au cultivateur, compléter  
au volume de 500 ml avec de l'eau  
distillée (réactif 1), homogénéiser  
et filtrer.

Prélever, à la pipette, une partie  
du filtrat ne contenant pas plus de  
150 mg de chlore, par exemple 25 ml  
(0,25 g), 50 ml (0,5 g) ou 100 ml  
(1 g) et déterminer la teneur en  
chlore selon Volhard (voir méthode  
pour le dosage du chlore en l'ab-  
sence de matières organiques - C.E.E. 6.1)

Remarque

Pour la farine de lin ou les mélanges  
contenant une forte proportion de  
farine de lin ou d'autres produits  
renfermant une teneur élevée en mucil-  
lage, on ne filtre pas après avoir  
homogénéisé et porté au volume.  
Après la sédimentation (éventuellement  
par centrifugation) prélever à la  
pipette 100 ml de liquide de la  
couche supérieure, les placer dans un  
ballon jaugé de 200 ml, mélanger avec  
de l'acétone homogénéiser et filtrer.  
100 ml de ce filtrat sont utilisés  
pour le dosage.

7. Controle

1) Een blanco-proef uitvoeren onder dezelfde omstandigheden en daarmee rekening houden bij het berekenen van de einduitslag;

2) Voor het uitvoeren van de ontleding de nauwkeurige uitvoering van de werkwijze nagaan met een zodanig volume van een vers bereide oplossing van kaliumchloride p.a. dat daarin een bekende hoeveelheid van ongeveer 100 mg chloor aanwezig is.

8. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat van de analyse uitdrukken in % chloor van chloriden aanwezig in de meststof zoals deze voor onderzoek is ontvangen.

7. Vérification

1) Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions et en tenir compte dans le calcul du résultat final ;

2) Préalablement aux dosages, contrôler l'exécution correcte de la technique, en utilisant une solution fraîchement préparée de chlorure de potassium p.a., un volume contenant une quantité connue de chlore de l'ordre de 100 mg.

8. Expression du résultat

Exprimer le résultat de l'analyse en pourcentage de chlore des chlorures contenu dans l'engrais tel qu'il a été reçu en vue de l'analyse.

HOOFDSTUK IV : BEPALING VAN DE ZUUR-  
REAGERENDE WAARDE, CALCIUM EN HET  
EQUIVALENT-GEWICHT

CHAPITRE IV : DÉTERMINATION DE LA VALEUR  
REAGISSANTE, DU CALCIUM ET DE  
L'ÉQUIVALENT-PÈSE

Méthode EN-Ca-1 : Bepaling van de  
zuurbindende waarde

Méthode EN-Ca-1 : Détermination de la  
valeur neutralisante

1. Principe

Mer waterige suspensie van de waar  
wordt gekookt met een bekende en  
meer dan voldoende hoeveelheid ge-  
titreerd zuur. De overmaat zuur  
wordt getitreerd met loog van be-  
kende titer. De zuurbindende waarde  
wordt uitgedrukt door een geheel getal  
dat overeenkomt met het gehalte aan  
basisbestanddelen uitgedrukt in  
calciumoxyde.

1. Principe

Une suspension aqueuse de la marchandise  
est portée à ébullition avec un volume  
connu et plus que suffisant d'acide  
titré. L'excès d'acide est titré par  
une solution alcaline de titre connu.  
La valeur neutralisante est exprimée  
par un nombre entier qui correspond à  
la teneur en constituants basiques exprimés  
en oxyde de calcium.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren opgenomen in de bij-  
lage van de reglementering onder  
hoofdstuk II en voor cacao-afval.  
Aanmerkelijke hoeveelheden fosfaten  
(meer dan  $\frac{3}{2}$  P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) mogen niet aan-  
wezig zijn.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises, figurant à  
l'annexe de la réglementation, sous le  
chapitre II et au sous-produit de  
l'industrie du cacao. Des quantités  
importantes de phosphates (supérieures  
à  $\frac{3}{2}$  P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) ne peuvent pas être  
présentées.

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Apparatuur

- Maatkolf van 200 ml met terugvloei-  
kooler ;
- Buret met gecontroleerde onderver-  
deling;
- Goed gereinigd glaswerk en normale  
laboratoriumapparatuur

4. Appareillage

- Ballon jaugé de 200 ml muni d'un réfri-  
gérant à reflux ;
- Burette à graduation contrôlée;
- verrerie bien nettoyée et appareil-  
lage normal de laboratoire.

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of geheel gedemine-  
raliseerd water, vrij van kooldi-  
oxide en ammoniak
- (2) a) Gestelde oplossing van zoutzuur  
0,8 n

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou complètement démi-  
néralisée, exempte de dioxyde de  
carbone et d'ammoniac ;
- (2) a) Liquueur titrée d'acide chlor-  
hydrique 0,8 n



- (2) b) Gestelde oplossing van zout-  
zuur : 1 n
- (3) Gestelde oplossing van natriumhy-  
dronide of kaliumhydroxide : 0,1 n
- (4) Indicatoroplossing : 1 g broom-  
thymolblauw aanwrijven met 16 ml  
natriumhydroxide of kaliumhydroxide  
0,1 n, in water oplossen en aan-  
vullen tot 1 liter.

- (2) b) Liqueur titrée d'acide chlorhy-  
drique : 1 n
- (3) Liqueur titrée d'hydroxyde de so-  
dium ou de potassium : 0,1 n
- (4) Solution d'indicateur : broyer 1 g  
de bleu de bromothymol avec 16 ml  
d'hydroxyde de sodium ou de potassi-  
um 0,1 n, dissoudre dans de l'eau  
et porter au volume de 1 litre.

6. Analyse uitvoering

Breng een op 1 mg nauwkeurig af-  
gewogen hoeveelheid van 1 g stof,  
met 50 ml gedestilleerd water  
(reagens 1) in een maatkolf van  
200 ml; pipetteer daarbij 50 ml  
gesteld zoutzuur 0,8 n (reagens  
2 a) of 40 ml gesteld zoutzuur  
1 n (reagens 2 b) en breng aan  
de kook; kook vervolgens zacht op  
kleine vlam gedurende een half uur  
onder terugvloei-cooling. Koel af,  
vul aan tot 200 ml, meng en filtreer.

Meet 50 ml van het filtraat af, voeg  
4 tot 5 druppels indicator (reagens 4)  
toe en titreer de overmaat zuur met  
de gestelde natrium- of kaliumhydroxide  
oplossing (reagens 3), totdat de ont-  
stane blauwe kleur gedurende 1 minuut  
blijft bestaan

Bereken de zuur-bindende waarde (p) uit:

$$p = 1,1216 (100 - V_1)$$

waarin :

$V_1$  = het aantal ml natrium- of ka-  
liumhydroxide 0,1 n gebruikt  
voor het terugtitreren.

Het getal p stemt overeen met het  
aantal milliliter zoutzuur 0,357 n  
nodig voor het neutraliseren van 1 g  
stof.

Opmerkingen :

- 1. Waren die organische stof bevatten  
moeten vooraf bij 550 à 500° C  
verast worden.

6. Technique analytique

Introduire 1 g de l'échantillon, pesé  
à 1 mg près, avec 50 ml d'eau distillée  
(réactif 1) dans un ballon jaugé de  
200 ml, ajouter à la pipette 50 ml de  
liqueur titrée d'acide chlorhydrique  
0,8 n (réactif 2 a) ou 40 ml d'acide  
chlorhydrique 1 n (réactif 2 b) et  
porter à ébullition; chauffer ensuite  
à douce ébullition pendant une demi-  
heure sous réfrigérant à reflux.  
Laisser refroidir, porter au volume  
de 200 ml, homogénéiser et filtrer.

Prélever 50 ml du filtrat, ajouter 4 à  
5 gouttes d'indicateur (réactif 4) et  
titrer l'excès d'acide avec la liqueur  
titrée d'hydroxyde de sodium ou de  
potassium (réactif 3) jusqu'à obtention  
d'une coloration bleue qui persiste pen-  
dant 1 minute.

Calculer la valeur neutralisante (p)  
par la formule :

$$p = 1,1216 (100 - V_1)$$

dans laquelle :

$V_1$  = nombre de millilitres d'hydroxyde  
de sodium ou de potassium 0,1 n  
utilisés pour la titration en  
retour.

Le nombre p correspond à la quantité de  
millilitres d'acide chlorhydrique  
0,357 n nécessaire pour neutraliser 1 g  
de matière.

Remarques :

- 1. Pour les marchandises qui contiennent  
des matières organiques, calciner pré-  
alablement à 550-500° C.

2. Bij bodenverbeterende middelen waar-  
bij geen duidelijk waarnaembaar on-  
slagpunt van de indicator kan worden  
verkregen, dient men te titreren met  
behuip van een pH-meter tot pH=6,8.

7. Controle

a) Een blanco-proef verrichten onder de-  
zelfde omstandigheden en daarmee re-  
kening houden bij het berekenen van  
de einduitslag.

b) Vóór het uitvoeren van de bepalingen  
een controlebepaling verrichten met  
een monster droog calciumcarbonaat  
p.a.

8. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat van de analyse uit-  
drukken in een geheel getal aangevend  
de zuurbindende waarde van het monster  
zoals dit voor analyse is ontvangen.

AANHANGSEL BIJ HET VOORSCHRIFT VOOR DE  
BEPALING VAN HET GEHALTE AAN ZUURBINDENDE  
BESTANDDELEN.

1. Voor waren die kiezelkalk bevatten en  
gehalten aan  $P_2O_5$  lager dan 3 % :

In afwijking van het normale voorschrift,  
wordt nadat van het filtraat 50 ml af-  
gepipeteerd is, 100 ml koolzuurvrij  
water en 1 ml waterstofperoxide 30 %  
toegevoegd. Vervolgens wordt de over-  
maat zuur getitreerd met loog 0,1 n  
t.o.v. de indicator : broomeresol-  
groen (0,1 g tetrabroom-a-brosol-sul-  
fofthaléïne in 1,5 ml 0,1 n NaOH op-  
lossen en met water verdunnen tot  
100 ml).

De omslagkleur wordt vergeleken met die  
van een bufferoplossing van pH 5,2 van ge-  
lijk volume en met gelijke indicator-  
concentratie.

Indien mogelijk kan de titratie ook  
worden uitgevoerd met een pH-meter  
tot de pH van 5,2.

2. Pour les amendements du sol pour  
lesquels on n'obtient pas de vi-  
rage net de l'indicateur, titrer à  
l'aide d'un pH-mètre jusqu'à  
obtention d'un pH de 6,8

7. Vérification

a) Effectuer un essai à blanc dans  
les mêmes conditions et en tenir  
compte dans le calcul du résultat  
final.

b) Préalablement aux déterminations,  
faire un contrôle en utilisant un  
échantillon de carbonate de cal-  
cium sec p.a.

8. Expression du résultat

Exprimer le résultat de l'analyse en  
un nombre entier, représentant la  
valeur neutralisante de l'échantillon  
tel qu'il a été reçu pour l'analyse.

ANNEXE A LA METHODE DE DETERMINA-  
TION DE LA VALEUR NEUTRALISANTE.

1. Pour les marchandises contenant  
des silicates de calcium et des teneurs  
en  $P_2O_5$  inférieures à 3 %.

Contrairement au mode opératoire  
ordinaire, ajouter 100 ml d'eau  
exempte de dioxyde de carbone et  
1 ml d'eau oxygénée à 30 % aux 50  
ml de filtrat prélevés à la pipette.  
l'excès d'acide est ensuite titré  
avec de l'hydroxyde 0,1 n en pré-  
sence de l'indicateur; vert de bromo-  
crésol (dissoudre 0,1 g de tetrabromo-  
a-sulfonophthaléïne dans 1,5 ml de  
NaOH 0,1 n et diluer à 100 ml avec  
de l'eau).

La teinte de virage est comparée à  
celle d'une solution tampon de pH  
5,2 de même volume et de même concen-  
tration d'indicateur.

Si possible, la titration peut  
également être effectuée au pH-mètre  
jusqu'à un pH de 5,2.

II. Voor waren die kiezelkalk bevatten en phalten aan  $P_2O_5$  van 3 % of meer en mengsels van kiezelkalken met Thomasslakkenmeel :

In deze gevallen wordt volgende voorbereiding uitgevoerd: breng 0,5 g stof in een bekerglas van 200 à 400 ml inhoud; bevochtig met circa 10 ml water; voeg dan 50 ml verdund azijnzuur (1 deel azijnzuur + 4 delen water) toe; kook 5 minuten zachtjes onder herhaald roeren. Damp vervolgens droog op kokend waterbad.

Voeg daarna 20 ml verdund azijnzuur (zie hoger) en 150 ml water toe; voeg 2 ml 1 % ferriacetaat toe; neutraliseer na verhitten tot koken zeer langzaam met ammonia (1/1) tot juist geel t.o.v. methylrood.

Verhit nog 10 minuten op kleine vlam of elektrische kookplaat om het ontstane neerslag te doen samenvallen.

Filtereer over anlagfilter (9 cm filter) en was neerslag en bekerglas uit met 3 x 5 ml 0,5 molair neutraal ammonium acetaat. Damp filtraat en waswater in pyrex gloei-schaaltje droog op een elektrische kookplaat waarbij zodanig wordt verhit, dat spatten zoveel mogelijk vermeden wordt. Bevochtig weer met 25 ml water en damp weer droog.

Herhaal de bewerking.

Verhit daarna op een elektrische kookplaat totdat alle azijnzuur verdwenen is (aan de geur te controleren). Gloei daarna nog tenminste 10 min. bij 550° C. Koel af; breng het residu met water over in een maatkolf van 200 ml en handel daarna als in het voorschrift voor normale kalkmeststoffen beschreven is.

Bij de berekening dient men dan echter op te letten dat van 0,5 g stof in plaats van 1 gram stof is uitgegaan.

II. Pour les marchandises contenant des silicates de calcium et des teneurs en  $P_2O_5$  égales ou supérieures à 3 % ou pour des mélanges de silicates de calcium avec des phosphates Thomas :

Effectuer dans ces cas l'opération préalable suivante : placer 0,5 g de substance dans un vase de berlin; humidifier avec environ 10 ml d'eau; ajouter 50 ml d'acide acétique dilué (1 part d'acide acétique + 4 parts d'eau); chauffer et maintenir à douce ébullition pendant 5 minutes en agitant fréquemment.

Ensuite évaporer à sec au bain-marie bouillant.

Ajouter ensuite 20 ml d'acide acétique dilué (voir ci-dessus) et 150 ml d'eau; ajouter 2 ml d'acétate ferrique à 1 %; après avoir porté à d'ullition, neutraliser très lentement avec de l'ammoniaque (1/1) exactement jusqu'à obtention de la coloration jaune du rouge de méthyle. Chauffer encore 10 minutes à température modérée (petite flamme ou plaque chauffante électrique) afin d'agglomérer le précipité formé.

Filterer sur filtre en papier (9 cm) et laver le précipité et le vase de berlin avec 3 x 5 ml d'acétate d'ammonium neutre 0,5 molaire. Evaporer à sec le filtrat et l'eau de lavage dans une capsule en pyrex sur une plaque chauffant électrique, le chauffage étant réglé de façon à éviter autant que possible, des projections. Humecter à nouveau avec 25 ml d'eau et évaporer une nouvelle fois à sec.

Chauffer ensuite sur une plaque chauffante électrique jusqu'à disparition de l'acide acétique (contrôler à l'odeur). Calciner ensuite pendant au moins 10 minutes à 550° C. Laisser refroidir; transvaser le résidu avec de l'eau dans un ballon jaugé de 200 ml et procéder ensuite ainsi qu'il est prescrit pour les amendements calciques ordinaires.

Pour le calcul, il y a cependant lieu de tenir compte d'une prise d'essai de 0,5 g de substance au lieu de 1 g.

Methode ENL-Ca-2 : Bepaling van calcium oplosbaar in mineraal zuur

Méthode ENL-Ca-2 : Détermination du calcium soluble dans un acide minéral

1. Principe

Het calcium oplossen in zoutzuur in aanwezigheid van een oxydans om eventueel aanwezige ferrozouten te oxyderen.

Een grote overmaat oxalationen toevoegen om enerzijds het calcium kwantitatief neer te slaan en anderzijds andere metalen in de vorm van complexe verbindingen in oplossing te houden.

Dit moet geschieden in een zwak-zuur milieu dat verkregen wordt door toevoeging van ammoniumacetaat. In het neerslag de oxaalzuuranionen titreren met kaliumpermanganaat en hieruit het gehalte aan calcium berekenen.

2. Toepassingsgebied

Voor alle meststoffen voorkomende in de bijlage van de reglementering. Indien aanmerkelijke hoeveelheden mangaan aanwezig zijn dient de werkwijze gevolgd te worden die beschreven is in het aanhangsel gevoegd bij deze methode.

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

Na te produkten moeten vóór deze bewerkingen op passende wijze voorgedroogd worden.

1. Principe

Dissolution du calcium dans l'acide chlorhydrique en présence d'un oxydant en vue d'oxyder les sels ferreux éventuellement présents.

Ajouter un excès important d'ions oxalate afin de précipiter, d'une part, quantitativement le calcium et d'autre part, de maintenir en solution d'autres métaux sous forme de combinaisons complexes.

Cette opération doit être effectuée en milieu légèrement acide, obtenu par l'addition d'acétate d'ammonium. Déterminer par titration au permanganate de potassium, les anions d'acide oxalique du précipité et calculer la teneur en calcium.

2. Domaine d'application

A tous les engrais figurant à l'annexe de la réglementation. En présence de quantités importantes de manganèse, il y a lieu d'appliquer le mode opératoire décrit dans l'addendum de cette méthode.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

Les produits humides seront séchés d'une façon appropriée avant les opérations.

4. Apparatuur

Een buret met gecontroleerde onderverdeling.  
Elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur.  
Asvrije filters.  
Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of geheel gede-mineraliseerd water;
- (2) Zoutzuur  $d = 1,05$  ;
- (3) Broomwater : een verzadigde oplossing van broom in water;
- (4) Waterstofperoxyde 30 % (Perhydrol);
- (5) Ammoniumoxalaat-oplossing : bij kamertemperatuur verzadigde oplossing (circa 4 %);
- (6) Zoutzuur  $d = 1,10$  ;
- (7) Ammoniumacetaat-oplossing : 150 g in water oplossen tot 1 l brengen.
- (8) Indicator-oplossing : 100 mg broomfenolblauw (tetrabroomfenolsulfophtaleïne) aanwrijven met 1,5 ml loog 0,1 n en met water aanvullen tot 100 ml;
- (9) Ammonia  $d = 0,91$  ;
- (10) Ammonia  $d = 0,996$  (1 g NH<sub>3</sub> in 100 ml);
- (11) Zwavelzuur  $d = 1,03$  ;
- (12) Gesteld kaliumpermanganaat : ongeveer 0,16 n, ongeveer 0,2 n of ongeveer 0,35 n.

6. Analyse uitvoering

- A) Bereiding van de oplossing:  
Bereid een oplossing volgens de methode a), b) of c), al naargelang de aard van de waar.

4. Appareillage

Burette à graduation contrôlée.  
Four électrique à température réglable.  
Filtres sans cendres.  
Verre bien nettoyé et appareillage normal de laboratoire.

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou complètement déminéralisée;
- (2) Acide chlorhydrique  $d = 1,05$ ;
- (3) Eau de brome : solution saturée de brome dans l'eau;
- (4) Eau oxygénée 30 % (Perhydrol);
- (5) Solution d'oxalate d'ammonium : solution saturée à température ambiante (environ 4 %);
- (6) Acide chlorhydrique  $d = 1,10$
- (7) Solution d'acétique d'ammonium : dissoudre 150 g dans de l'eau et compléter à 1 litre ;
- (8) Solution d'indicateur : triturer 100 mg de bleu de brome-phénol (tétrabromophénolsulfonephthaleïne) avec 1,5 ml d'hydroxyde de 0,1 n et compléter à 100 ml avec de l'eau;
- (9) Ammoniacque  $d = 0,91$  ;
- (10) Ammoniacque  $d = 0,996$  (1 g de NH<sub>3</sub> dans 100 ml);
- (11) Acide sulfurique  $d = 1,03$  ;
- (12) Liqueur titrée de permanganate de potassium : environ 0,16 n, environ 0,2 n ou environ 0,35 n.

6. Technique analytique

- A) Préparation de la solution  
Préparer la solution d'après la méthode a), b) ou c) selon la nature de la marchandise.

a) Bij afwezigheid van organische stof: a) En absence de matière organique :

breng 2g, tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen, van het monster, in een maatkolf van 200 ml, voeg 100 ml zoutzuur (reagens 2) toe en zo nodig broomwater (reagens 3) of een ander geschikt oxydatiemiddel (bv. perhydrol) voldoende om eventueel aanwezig ferro-ijzer te oxyderen. Breng tot koken en houd dit een half uur aan. Koel af, breng met gedestilleerd water (reagens 1) tot een volume van 200 ml, meng en filtreer.

introduire 2g de l'échantillon, pesés à 1 mg près, dans un ballon jaugé de 200 ml, ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (réactif 2) et, si nécessaire, de l'eau de brome (réactif 3) ou un autre oxydant approprié (p.ex. perhydrol) en quantité suffisante pour oxyder les ions ferreux éventuellement présents. Porter à ébullition et la maintenir pendant une demi-heure. Laisser refroidir, porter au volume de 200 ml avec de l'eau distillée (réactif 1), homogénéiser et filtrer.

b) Bij afwezigheid van organische stof maar indien veel silicaten en/of moeilijk oplosbare calciumverbindingen aanwezig zijn: breng 2g, tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen, van het monster in een maatkolf van 200 ml, voeg 100 ml zoutzuur (reagens 2) en 20 ml waterstofperoxyde (reagens 4) toe, kook gedurende een half uur, koel even af, voeg 10 ml broomwater (reagens 3) toe, kook wederom een half uur. Koel af, breng met gedestilleerd water (reagens 1), tot een volume van 200 ml, meng en filtreer.

b) En absence de matières organiques, mais en présence de beaucoup de silicates et/ou de composés de calcium difficilement solubles: introduire 2 g de l'échantillon, pesés à 1 mg près, dans un ballon jaugé de 200 ml, ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (réactif 2), et 20 ml d'eau oxygénée (réactif 4), porter à ébullition et maintenir l'ébullition pendant une demi-heure, laisser refroidir légèrement, ajouter 10 ml d'eau de brome (réactif 3), porter à nouveau à ébullition et maintenir celle-ci durant une demi-heure. Laisser refroidir, porter au volume de 200 ml avec de l'eau distillée (réactif 1), homogénéiser et filtrer.

c) Bij aanwezigheid van organische stof:

veras 5g, tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen, van het monster, gedurende ongeveer 2 uren in een elektrische verbrandingsoven bij 550° C, breng de as in een maatkolf van 200 ml en handel vervolgens zoals beschreven in a) of b) al naargelang van het geval.

c) En présence de matière organiques :

calciner 5g de l'échantillon, pesés à 1 mg près, pendant environ 2 heures dans un four électrique à 550° C, introduire les cendres dans un ballon jaugé de 200 ml et poursuivre comme décrit sous a) ou b) selon le cas.

### B) Beëindiging

Pipetteer 50 ml van het analysemateriaal in een bekerglas van 1 l en voeg water (reagens 1) toe tot een volume van ongeveer 100 ml. Voeg 40 ml ammoniumoxalaat (reagens 5) toe en kook op. Druppel, indien een neerslag ontstaat is, dat bij opkoken niet verdwijnt, zoveel zoutzuur (reagens 6) toe dat dit alsnog oplost. Voeg langzaam, onder roeren, ammoniumacetaat toe, totdat een neerslag begint te ontstaan, echter niet meer dan 50 ml.

### B) Douage

Introduire à la pipette 50 ml de la solution à analyser dans un vase de Berlin d'un demi-litre; ajouter de l'eau (réactif 1) jusqu'à un volume d'environ 100 ml. Ajouter 40 ml d'oxalate d'ammonium (réactif 5) et porter à ébullition. Lorsqu'un précipité se forme, qui ne disparaît pas lors de l'ébullition, ajouter, goutte à goutte, la quantité d'acide chlorhydrique (réactif 6) nécessaire pour dissoudre ce précipité.

Roer verder gedurende een halve minuut, voeg enkele druppels indicator (reagens 8) toe en daarna geleidelijk onder voortdurend roeren zoveel ammoniumacetaat (reagens 7) dat de gele kleur van de oplossing via groen is omgeslagen tot blauwviolet; echter niet meer dan 50 ml in totaal. Druppel - indien de kleur dan nog niet is omgeslagen - de daar toe benodigde hoeveelheid ammoniak (reagens 9) bij. Laat op een kokend waterbad even bezinken. Voeg nogmaals 15 ml ammoniumacetaat (reagens 7) toe, roer op, laat gedurende 1 uur op een kokend waterbad staan, laat even afkoelen en filtreer.

Spoel het bekersglas viermaal na met kleine hoeveelheden ammonia (reagens 10) zodanig dat met inbegrip van verder nog te gebruiken waswater van het neerslag in totaal niet meer dan 80 ml was-vloeistof wordt gebruikt. Breng filter met neerslag nat over in het gebruikte bekersglas, voeg 100 ml zwavelzuur (reagens 11) toe, breng op een temperatuur van ongeveer 80° C en titreer met een snelheid van onstreeks 10 ml per minuut met kaliumpermanganaat (reagens 12) (van zodanig titer dat ongeveer 25 ml voor de titratie wordt gebruikt), totdat gedurende een halve minuut een roze kleur blijft bestaan.

### C) Opmerkingen

1) Indien een gehalte aan calcium van meer dan 35 % wordt verwacht, verdient het aanbeveling 25 ml in plaats van 50 ml van het analyse-materiaal in bewerking te nemen. Hieraan wordt direct nog 5 ml zoutzuur (reagens 2) toegevoegd.

Ensuite ajouter lentement, tout en agitant, de l'acétate d'ammonium jusqu'à ce que le précipité commence à se former, en n'utilisant cependant pas plus de 50 ml de ce réactif. Agiter encore pendant une demi-minute, ajouter quelques gouttes de solution d'indicateur (réactif 8) et ensuite progressivement, tout en agitant, suffisamment d'ammonium (réactif 7) jusqu'au virage de la coloration jaune, via la coloration verte, au bleu-violet; ne pas dépasser, cependant, la quantité de 50 ml. Si le virage ne s'est pas encore produit, ajouter, goutte à goutte, la quantité nécessaire d'ammoniac (réactif 9). Laisser déposer le précipité au bain-marie bouillant. Ajouter encore 15 ml d'acétate d'ammonium (réactif 7), agiter, placer pendant une heure au bain-marie bouillant, laisser refroidir un peu et filtrer.

Rincer le bécber quatre fois avec de petites quantités d'ammoniac (réactif 10) de façon que la quantité de solution de rinçage utilisée, y compris la quantité employée pour les lavages ultérieurs du précipité, ne dépasse pas 80 ml au total. Placer le filtre avec le précipité humide dans le vase de berlin utilisé, ajouter 100 ml d'acide sulfurique (réactif 11), porter à environ 80° C et titrer au permanganate de potassium (réactif 12) à la vitesse d'environ 10 ml par minute (la normalité choisie sera telle que la titration nécessite environ 25 ml de liqueur titrée), jusqu'à ce qu'une coloration rose persiste pendant une demi-minute.

### C) Remarques

1) Lorsqu'on présume que la teneur en calcium est supérieure à 35 %, il est conseillé de prélever 25 ml au lieu de 50 ml de la solution à analyser, et y ajoutant immédiatement 5 ml d'acide chlorhydrique. (réactif 2).

2) Bij analyse van stoffen waarbij hoge gehalten aan ijzer, aluminium, magnesium e.d. te verwachten zijn wordt eveneens 25 ml van de analyseoplossing in bewerking genomen. Bovendien wordt de afgepipetteerde hoeveelheid van deze oplossing na toevoegen van 5 ml zoutzuur (reagens 2) tot 200 ml verdund in plaats van tot 100 ml ; ook wordt dan 75 ml ammoniumoxalaat (reagens 5) toegevoegd in plaats van 40 ml.

2) Lorsqu'on présume la présence de teneurs élevées en fer, aluminium, magnésium e.a., on prélève également 25 ml de solution à analyser. En outre, la quantité prélevée de 25 ml de solution à analyser est après l'addition de 5 ml d'acide chlorhydrique (réactif 2) diluée à 200 ml au lieu de 100 ml, et on y ajoute 75 ml d'oxalate d'ammonium (réactif 5) au lieu de 40 ml.

3) Bij analyse van stoffen waarin gehalten aan mangaan vanaf 0,4 % te verwachten zijn moet de werkwijze gevolgd worden die in het aanhangsel van deze methode is beschreven.

3) Lorsqu'on présume la présence de teneurs en manganèse égale ou supérieure à 0,4 %, on suivra le mode opératoire décrit dans l'addendum de cette méthode.

7. Controle

Voer een bepaling uit met droog calciumcarbonaat p.a. ter controle.

7. Vérification

Effectueer à titre de contrôle un dosage avec du carbonate de calcium sec p.a.

8. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent calcium.

$$p = \frac{0,02004 \times V \times n \times 100}{g}$$

p = % calcium

V = aantal ml kaliumpermanganaat, gebruikt voor de titratie

n = de titer van dit kaliumpermanganaat

g = gewicht in grammen van het monster aanwezig in het afgepipetteerde deel van de oplossing.

8. Expression du résultat

Exprimer le résultat de l'analyse en pour-cent de calcium.

$$p = \frac{0,02004 \times V \times n \times 100}{g}$$

p = % calcium

V = nombre de millilitres de permanganate de potassium utilisés pour la titration

n = normalité de la solution de permanganate de potassium

g = poids en grammes de la matière se trouvant dans la quantité de solution prélevée à la pipette.



AANHANGSEL BIJ HET VOORSCHRIFT VOOR  
DE BEPALING VAN HET GEBALTE AAN  
CALCIUM OERLOOBAAR IN BIJZAAAL ZHUUR

Bepaling van het gehalte aan calcium  
oplosbaar in minimaal zuur bij aan-  
wezigheid van aanmerkelijke hoeveel-  
heden aan zuur (meer dan 0,4 %)

1. Principe

Het in zoutzuur opgeloste mangaan  
wordt door een overmaat kalium-  
permanganaat neergeslagen als man-  
gaan-dioxide. De overmaat kalium-  
permanganaat wordt met benzoëzuur  
gereduceerd tot mangaandioxide.  
Na affilteren van het mangaan-  
dioxide wordt het calcium als  
oxalaat neergeslagen in zwak zuur  
milieu. In het neerslag worden de  
oxaalzuurionen getitreerd met ka-  
liumpermanganaat en hieruit wordt het  
gehalte aan calcium berekend.

2. Toepassingsgebied

Voor alle meststoffen voorkomende in  
de bijlage van de reglementering en  
waarin aanmerkelijke hoeveelheden  
mangaan aanwezig zijn (meer dan 0,4%).

3. Bereiding van het monster

Het monster zeven door een zeef met  
maaswijdte van 1 mm; het residu fijn  
maken totdat het volledig door de  
zeef gaat. Indien kalium en/of  
magnesiumzouten aanwezig zijn, dient  
het monster aanmerkelijk fijner ge-  
malen te worden, zo mogelijk tot de  
stof door de zeef van 0,5 mm kan  
passeren. Na deze behandelingen het  
monster zeer zorgvuldig mengen en  
in een droog hermetisch gesloten  
flesjes bewaren. Het is noodzakelijk  
deze bewerkingen met gepaste snel-  
heid uit te voeren teneinde alle  
verlies of opslorping van stoffen te  
voorkomen.  
Hatte produkten moeten vóór deze  
bewerkingen op passende wijze  
voorgedroogd worden.

ATTENDUM A LA METHODE DE DETERMINATION  
DE LA TENEUR EN CALCIUM OERLOOBAAR DANS  
UN ENGRAIS MINERAL

Détermination de la teneur en calcium  
soluble dans un acide minimal en  
présence de quantités importantes de  
manganèse (plus de 0,4 %)

1. Principe

Après dissolution dans l'acide chlor-  
hydrique, le manganèse est précipité  
sous forme de bioxyde de manganèse par  
un excès de permanganate de potassium.  
L'excès de permanganate de potassium  
est réduit à l'état de bioxyde de  
manganèse par l'acide benzoïque. Après  
séparation du bioxyde de manganèse par  
filtration le calcium est précipité  
sous forme d'oxalate en milieu légè-  
rement acide. Les anions d'acide oxali-  
que du précipité sont déterminés par  
titration au permanganate de potassium  
et la teneur en calcium est calculée.

2. Domaine d'application

A tous les engrais figurant à l'annexe  
de la réglementation et qui contiennent  
des quantités importantes de manganèse  
(plus de 0,4 %).

3. Préparation de l'échantillon

Passer l'échantillon au tamis à cou-  
vertures de 1 mm; broyer le refus jusqu'à  
passage complet. En présence de sels  
de potassium et/ou de magnésium,  
l'échantillon doit être réduit en une  
poudre beaucoup plus fine, passant si  
possible au tamis de 0,5 mm. Après  
ces opérations, mélanger soigneuse-  
ment l'échantillon et le conserver dans  
un flacon sec et hermétique. Il importe  
d'effectuer ces opérations avec la  
diligence voulue afin d'éviter toute  
déperdition ou toute absorption de  
matières.  
Les engrais humides seront séchés la  
façon appropriée avant ces opérations.

4. Apparatuur

Buret met gecontroleerde onderverdeling.  
Elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur.  
Asvrije filters.  
Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

4. Appareillage

Burette à graduation contrôlée.  
Four électrique à température réglable  
Filtre sans cendres.  
Verrerie bien nettoyée et appareillage normal de laboratoire.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of geheel gedemineralsiseerd water

(2) Zoutzuur d=1,05

(3) Broomwater : een verzadigde oplossing van broom in water

(4) Waterstofperoxide 30 % (Perhydrol)

(5) Ammoniumoxalaatoplossing : bij kamertemperatuur verzadigde oplossing (circa 4 %)

(6) Zoutzuur d = 1, 10

(7) Ammoniumacetaat-oplossing : 150 g in water oplossen tot 1 liter

(8) Indicator-oplossing : 100 g broom-sulfofthaleïne (broomfenolblauw) aanwrijven met 1,5 ml loog 0,1 n en met water aanvullen tot 100 ml

(9) Ammonia d = 0,91

(10) Ammonia d = 0,996 (1g NH<sub>3</sub> in 100ml)

(11) Zwavelzuur d = 1,03

(12) Gesteld kaliumpermanganaat : ongeveer 0,10 n of ongeveer 0,2 n of ongeveer 0,35 n

(13) Ijszijn

(14) Kaliumpermanganaat 1 %

(15) Ammoniumchloride in poedervorm

5. Réactifs

(1) Eau distillée ou complètement déminéralisée

(2) Acide chlorhydrique d 1,05

(3) Eau de brome : solution saturée de brome dans l'eau

(4) Eau oxygénée 30 % (Perhydrol)

(5) Solution d'oxalate d'ammonium : solution saturée à température ambiante d'oxalate d'ammonium (environ 4%)

(6) Acide chlorhydrique d = 1,10

(7) Solution d'acétate d'ammonium : dissoudre 150 g dans de l'eau et compléter à 1 litre

(8) Solution d'indicateur : triturer 100 mg de bleu de bromophénol (tetrabromophénol sulfonephthaleïne) avec 1,5 ml d'hydroxide 0,1 n et compléter à 100 ml avec de l'eau.

(9) Ammoniaque d = 0,91

(10) Ammoniaque d = 0,996 (1 g de NH<sub>3</sub> dans 100 ml).

(11) Acide sulfurique d = 1,03

(12) Licqueur titré de permanganate de potassium : environ 0,1 n ou environ 0,2 n ou environ 0,35 n

(13) Acide acétique glacial

(14) Permanganate de potassium 1 %

(15) Chlorure d'ammonium en poudre

(16) Benzoonoplossing : 102,5 g ammoniumbenzoaat in water oplossen tot 1 l ; zo nodig ammonia d = 0,91 toevoegen tot neutraal t.o.v. methylrood.

(17) Wasvloeistof : 100 ml ammoniumbenzoaatoplossing (reagens 16) verdunnen met water tot 1 l onder toevoeging van 20 ml ijsazijn. (Voor gebruik eerst tot koken verwarmen).

(18) Ferrichloride : 10 % oplossing in water

(19) Methylrood : 0,1 % oplossing van het natriumzout van methylrood in water.

6. Analyse uitvoering

A. Metaalolakken en silikaathoudende waren.

Kook 1 g van het monster gedurende ½ uur met 100 ml zoutzuur d=1,05 (reagens 2) en 20 ml perhydrol (reagens 4).  
Laat afkoelen.

Voeg 10 ml broomwater (reagens 3) toe en kook nogmaals gedurende ½ uur. Koel af, vul, in een maatkolf, met water aan tot 200 ml, meng en filtreer. Pipeteer van het filtraat een hoeveelheid van 25, 50 of 100 ml af, welke maximaal 100 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> bevat (bij voorkeur 100 ml).

Vul zo nodig met water aan tot een volume van ca 100 ml. Voeg - indien het monster niet reeds veel ijzer bevat - 1 ml ferrichloride (reagens 18) toe voor elke 25 mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dat aanwezig is en daarna 10 g ammoniumchloride (reagens 15). Neutraliseer in een langzaam tempo met ammonia (reagens 9) onder voortdurend omschwenken tot juist geel t.o.v. methylrood; wacht tijdens het neutraliseren een halve minuut zodra een neerslag ontstaat.

(16) Solution de benzoate : dissoudre 102,5 g de benzoate d'ammonium dans de l'eau et porter à 1 litre; ajouter, si nécessaire, de l'ammoniaque d = 0,91 jusqu'à obtention d'une réaction neutre contrôlée au rouge de méthyle

(17) Solution de lavage : diluer 100 ml de la solution de benzoate d'ammonium (16) et 20 ml d'acide acétique glacé avec de l'eau pour obtenir un volume de 1 litre. (Chauffer jusqu'à ébullition avant l'utilisation).

(18) Chlorure ferrique : solution aqueuse à 10 %

(19) Rouge de méthyle : solution aqueuse à 0,1 % du sel sodique de rouge de méthyle.

6. Technique analytique

A. Scories Thomas et marchandises contenant des silicates

Faire bouillir 1 g de l'échantillon pendant une demi-heure avec 100 ml d'acide chlorhydrique d= 1,05 (réactif 2) et 20 ml d'eau oxygénée (réactif 4).  
Laisser refroidir un peu.

Ajouter 10 ml d'eau de brome (réactif 3) et bouillir encore pendant une ½ heure. Laisser refroidir, porter avec de l'eau au volume de 200 ml dans un ballon jaugé, mélanger et filtrer. Prélever à la pipette une quantité de 25, 50 ou 100 ml du filtrat, contenant au maximum 100 mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (de préférence 100 ml).

Porter, si nécessaire, avec de l'eau au volume d'environ 100 ml. Ajouter - si l'échantillon ne renferme pas déjà une quantité importante de fer - 1 ml de chlorure ferrique (réactif 18) pour chaque fraction de 25 mg de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> présent et ensuite 10 g de chlorure d'ammonium (réactif 15). En tournant continuellement le ballon neutraliser lentement à l'ammoniaque (réactif 9) exactement jusqu'à obtention de la coloration jaune du rouge de méthyle; dès qu'un précipité se forme, pendant la neutralisation, attendre une demi-minute avant de poursuivre.

Zuur vervolgens aan met 1 ml ijszijn (reagens 13). Voeg 1 ml kaliumpermanganaat 1 % (reagens 14) toe en daarna voor elke 5 mg mangaan, dat vermoedelijk aanwezig is, nogmaals 1 ml kaliumpermanganaat 1 %. Zwenk om.

Kook gedurende 2 minuten. Voeg indien de violette kleur verdwenen is, opnieuw kaliumpermanganaat 1 % toe tot deze kleur, na koken, behouden blijft. Koel af, vul in een maatkolf van 200 ml met water aan tot aan de streep, meng en filtreer. (N.B. de violette kleur van het kaliumpermanganaat dient bij correcte werkwijze, na filtratie, nog duidelijk zichtbaar te zijn).

Pipeteer 100 ml van het filtraat in een bekorglas van ca 500 ml. Voeg 1 ml ijszijn (reagens 15) en 35 ml benzoaatoplossing (reagens 16) toe en zwenk om; voeg 3 ml zoutzuur  $d = 1,05$  (reagens 2) toe en zwenk nogmaals om. Kook vervolgens gedurende 5 min. (niet langer).

Filtreer de hete vloeistof (zo nodig met gebruik van een heetwatertrichter) onmiddellijk af en was uit met kokend hete wasvloeistof (reagens 17). Voeg aan het filtraat - hetwelk inclusief wasvloeistof een volume heeft van ca 200 ml - 10 ml zoutzuur  $d = 1,10$  (reagens 6) en 75 ml ammoniumoxalaat (reagens 5) toe.

Kook op. Druppel, indien een eventueel ontstaan neerslag van calciumoxalaat niet tijdens het opkoken is opgelost, zoveel zoutzuur  $d = 1,10$  (reagens 6) toe, totdat dit alsnog geschiedt. Voeg enkele druppels broomfenolbleauw toe en daarna langzaam onder roeren ammoniumacetaat (reagens 7) totdat juist een neerslag begint te ontstaan, doch niet meer dan 50 ml.

Acidifier ensuite avec 1 ml d'acide acétique glacial (réactif 15). Ajouter 1 ml de permanganate de potassium à 1 % (réactif 14) et ensuite encore 1 ml de permanganate de potassium à 1 % pour chaque fraction de 5 mg de manganèse dont on présume la présence. Agiter.

Faire bouillir pendant 2 minutes. Si la coloration violette a disparu, ajouter à nouveau du permanganate de potassium 1 % jusqu'à ce que la coloration violette persiste après ébullition. Laisser refroidir, porter au volume avec de l'eau dans un ballon jaugé de 200 ml, mélanger et filtrer. (N.B. lorsque la technique est appliquée correctement, la couleur violette du permanganate de potassium doit être encore bien visible après filtration).

Introduire à la pipette 100 ml de filtrat dans un becher d'environ 500 ml. Ajouter 1 ml d'acide acétique glacial (réactif 15) et 35 ml de solution de benzoate (réactif 16) et agiter; ajouter 3 ml d'acide chlorhydrique  $d = 1,05$  (réactif 2) et agiter à nouveau. Bouillir ensuite pendant 5 min. (sans dépasser ce délai).

Filtrer immédiatement la solution chaude (si nécessaire en utilisant un entonnoir chauffant) et laver avec la solution de lavage bouillante (réactif 17). Ajouter au filtrat, dont le volume avec la solution de lavage aura atteint environ 200 ml, 10 ml d'acide chlorhydrique  $d = 1,10$  (réactif 6), et 75 ml d'oxalate d'ammonium (réactif 5).

Porter à ébullition. Lorsque le précipité d'oxalate de calcium, qui se forme généralement, ne se dissout pas lors de l'ébullition, ajouter, goutte à goutte, assez d'acide chlorhydrique de 1,10 (réactif 6) pour dissoudre ce précipité. Ajouter quelques gouttes de bleu de bromophénol et ensuite tout en agitant, ajouter lentement de l'acétate d'ammonium (réactif 7) jusqu'à ce qu'un précipité commence à se former, mais sans dépasser 50 ml.

Roer dan  $\frac{1}{2}$  minuut; voeg geleidelijk meer ammoniumacetaat (van het totaal van 50 ml) toe en zo nodig ook nog druppelsgewijs ammonia d = 0,91 (reagens 9), totdat de indicator juist is omgeslagen naar grijsblauw-violet.

Laat enige minuten op een kokend waterbad staan, totdat het calcium-oxalaatneerslag grotendeels bezonken is. Voeg nog 15 ml ammoniumacetaat (reagens 7) toe, roer op en laat nog 1 uur op een kokend waterbad staan. Filtreer de nog warme oplossing af en vervolg zoals beschreven in de methode voor bepaling van het gehalte aan calcium oplosbaar in mineraal zuur vanaf 6 B) laatste alinea beginnende met : "Spoel het bekerglas.....".

B. Andere anorganische stoffen, welke belangrijke hoeveelheden mangaan bevatten.

Weeg 2 g van het monster af en kook deze hoeveelheid met 100 ml zout-zuur d=1,05 (reagens 2) - en (zo nodig) zoveel broomwater als nodig is, om al het aanwezige ijzer in de ferrivorm te brengen - gedurende  $\frac{1}{2}$  uur. Koel af, vul in een maatkolf met water aan tot een volume van 200 ml; meng en filtreer.

Handel verder als onder A omschreven, beginnende met : "Pipeteer van het filtraat.....".

C. Organische stof aanwezig in een percentage van meer dan 0,1 %, naast belangrijke gehalten aan mangaan

Veras 5 g van het materiaal en behandel de az als onder A omschreven indien veel silicaten aanwezig zijn, en anders als onder B omschreven.

Agiter ensuite pendant une demi-minute; ajouter graduellement au surplus d'acétate d'ammonium (sans dépasser la quantité totale de 50 ml) et si nécessaire également de l'ammoniaque d = 0,91 (réactif 9), goutte à goutte exactement jusqu'au virage de l'indicateur au grisbleu-violet.

Maintenir quelques minutes au bain-marie bouillant jusqu'à ce que le précipité d'oxalate de calcium s'est déposé en grande partie. Ajouter encore 15 ml d'acétate d'ammonium (réactif 7); agiter et maintenir encore une heure au bain-marie bouillant. Filtrer la solution encore chaude et poursuivre comme décrit dans la méthode de détermination de la teneur en calcium soluble dans un acide minéral à partir de 6 B) dernier alinea commençant par : "Rincer le becher.....".

B. Autres matières minérales, qui contiennent du manganèse en quantités importantes.

Peser 2 g de l'échantillon et bouillir cette prise d'essai pendant une demi-heure avec 100 ml d'acide chlorhydrique d=1,05 (réactif 2) et, si nécessaire, la quantité d'eau de brome requise pour transformer tout le fer bivalent en fer trivalent. Refroidir, porter au volume de 200 ml avec de l'eau dans un ballon jaugé, mélanger et filtrer.

Poursuivre comme décrit sous A, à partir de : "Prélever à la pipette 100 ml du filtrat.....".

C. Présence de matière organique dans une proportion supérieure à 0,1 % et des teneurs importantes en silicates

Calciner 5 g de matières et traiter les cendres comme décrit sous A lorsqu'il y a beaucoup de silicates, et dans le cas contraire, comme décrit sous B.

7. Berekening

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent calcium

$$p = \frac{0,02004 \times V \times n \times 100}{G}$$

p = % calcium

V = aantal ml kaliumpermanganaat gebruikt voor de titratie

n = de titer van dit kaliumpermanganaat

G = gewicht in grammen van het monster aanwezig in het afgepipeteerde deel van de oplossing.

7. Calcul

Exprimer le résultat de l'analyse en pour-cent de calcium

$$p = \frac{0,02004 \times V \times n \times 100}{G}$$

p = % Calcium

V = nombre de millilitres de permanganate de potassium utilisé pour la titration

n = normalité de la solution de permanganate de potassium

G = poids en grammes de la matière dans la quantité, prélevée à la pipette, de solution à analyser.

Methode BNI-Ca-3 : Bepaling van calcium oplosbaar in water

Méthode BNI-Ca-3 : Détermination du calcium soluble dans l'eau

1. Principe

1. Principe

Het calcium van kalksalpeter (calciumnitraat) wordt in oplossing gebracht door roteren met water en het calcium van calciumsulfaat (gips) door roteren met water waarin saccharose is opgelost. Daarna wordt het calcium in zwak zuur milieu, verkregen door het toevoegen van zoutzuur en ammoniumacetaat, neergeslagen als oxalaat. Een grote overmaat oxalaationen houdt storende metalen in de vorm van complexe verbindingen in oplossing.

Le calcium du nitrate de calcium (nitrate de chaux) est mis en solution par agitation au culbuteur avec de l'eau et le calcium du sulfate de calcium (gypse est mis en solution par agitation au culbuteur avec de l'eau additionnée du saccharose. Le calcium est ensuite précipité sous forme d'oxalate en milieu légèrement acide, obtenu par addition d'acide chlorhydrique et d'acétate d'ammonium. Un excès important d'ions oxalates maintient les métaux gênants en solution sous forme de composés complexes.

Het oxalzuur wordt uit het gefiltreerde en gewassen neerslag vrijgemaakt, getitreerd met kaliumpermanganaat en hieruit wordt het gehalte aan calcium berekend.

L'acide oxalique, libéré du précipité filtré et lavé, est titré au permanganate de potassium et la teneur en calcium est calculée de cette titration.

2. Toepassingsgebied.

2. Domaine d'application

De methode A is uitsluitend toepasbaar voor kalksalpeter en de methode B uitsluitend voor calciumsulfaat.

La méthode A est uniquement applicable au nitrate de calcium et la méthode B uniquement au sulfate de calcium.

3. Bereiding van het analysemonster

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse.

A. Zie Hoofdstuk I.

A. Voir Chapitre I.

B. Het monster wordt gezeefd door een zeef met maaswijdte van 1 mm; het residu fijnmalen tot het de zeef volledig passeert; hierna het monster zeer zorgvuldig mengen en in een droog en hermetisch gesloten recipiënt bewaren. Men dient deze bewerkingen zo snel mogelijk uit te voeren. Indien een voordroging nodig is, deze als volgt uitvoeren: een nauwkeurig afgevoegen hoeveelheid van 100 g van het goed gemengd monster, of een veelvoud daarvan, in een dunne laag uitspreiden op een getarreerde glazen, porseleinen of metalen schaal. Bij kamertemperatuur aan de lucht voldoende laten drogen zodat de stof gezeefd en gemalen kan worden. Weegen. Stel het gewichtsverlies per 100 g stof gelijk aan a.

B. Passer l'échantillon au tamis à ouvertures de 1 mm; broyer le refus jusqu'à passage complet; mélanger ensuite l'échantillon très soigneusement et le conserver dans un récipient sec et hermétique. Effectuer ces opérations aussi rapidement que possible. Lorsqu'une prédessiccation est nécessaire, opérer comme suit: étaler en couche mince, dans un capsule tarée à fond plat de verre, de porcelaine ou de métal, une quantité exactement pesée de 100 g (ou un multiple de cette quantité) de l'échantillon bien mélangé. Laisser sécher suffisamment à la température ambiante, pour permettre le tamisage et la mouture de l'échantillon. Peser. Soit a. la perte de poids par 100 g de matière.

4. Apparatuur

Rotzertoeistel met 35-40 omwentelingen per minuut.

Buret met gecontroleerde onderverdeling.

Elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur.

Asvrije filters.

Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water

(2) Saccharose

(3) Ammoniumoxalaat-oplossing : bij kamertemperatuur verzadigde oplossing (circa 4 %)

(4) Ammoniumacetaat-oplossing : 150 g in water oplossen tot 1 liter.

(5) Indicator-oplossing : 100 mg broomfenolblauw (tetrabroomsulphthaleïne) aanwrijven met 1,5 ml 0,1 n loog en met water aanvullen tot 100 ml.

(6) Ammonia d = 0,91

(7) Ammonia d = 0,996 (1 g NH<sub>3</sub> in 100 ml water)

(8) Zwavelzuur d = 1,03

(9) Kaliumpermanganaat, gesteld 0,1 n

(10) Zoutzuur d = 1,1

6. Analyse uitvoering

A. Kalksalpeter

Ongeveer 5 g analysemateriaal tot op een mg nauwkeurig snel afwegen en in een maatkolf van 500 ml brengen. Ongeveer 450 ml water (reagens 1) toevoegen en een half uur laten roteren. Met water (reagens 1) aanvullen, mengen en filtreren.

4. Appareillage

Agitateur rotatif (culbuteur) 35 - 40 tour par minute.

Burette à graduation contrôlée.

Four électrique à température réglable.

Filtres sans cendres.

Verrerie bien nettoyée et appareillage normal de laboratoire.

5. Réactifs

(1) Eau distillée ou déminéralisée

(2) Saccharose

(3) Solution d'oxalate d'ammonium : solution saturée à la température ambiante (environ 4 %)

(4) Solution d'acétate d'ammonium : dissoudre 150 g dans de l'eau et porter à 1 litre

(5) Solution d'indicateur : triturer 100 mg de bleu de bromophénol (tetrabromosulfonephthaleïne) avec 1,5 ml d'hydroxyde de sodium 0,1 n et porter à 100 ml avec de l'eau.

(6) Ammoniaque d = 0,91

(7) Ammoniaque d = 0,996 (1 g de NH<sub>3</sub> dans 100 ml d'eau)

(8) Acide sulfurique d = 1,03

(9) Liqueur titrée de permanganate de potassium 0,1 n

(10) Acide Chlorhydrique d = 1,1

6. Technique analytique

A. Nitrate de calcium

Peser rapidement, à 1 mg près, environ 5 g d'échantillon destiné à l'analyse et les introduire dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter environ 450 ml d'eau (réactif 1) et agiter au culbuteur pendant une demi-heure. Porter au volume avec de l'eau (réactif 1), mélanger et filtrer.



25 ml van de heldere oplossing in een bekersglas van 500 ml pipeteren, 10 ml zoutzuur (reagens 10) toevoegen en aanvullen met water (reagens 1) tot een volume van circa 100 ml. De bepaling van de calcium uitvoeren volgens het voorschrift Ca-02, onder uitvoering sub. B beschreven.

B. Calciumsulfaat

0,5 g analysemateriaal op een mg nauwkeurig afwegen en in een maatkolf van 500 ml brengen. Circa 450 ml water (reagens 1) van omstreeks 20° C, waarin 5 g saccharose (reagens 2) is opgelost, toevoegen en 2 uur laten roteren. Met water aanvullen, mengen, en filtreren. 100 ml van de heldere oplossing in een bekersglas van 500 ml pipeteren en 10 ml zoutzuur (reagens 10) toevoegen. De bepaling van het calcium uitvoeren volgens het voorschrift Ca-02 onder uitvoering sub B beschreven.

7. Utdrukkingen van het resultaat

A. Kalksalpeter (calciumnitraat)

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent CaO.

$$p = \frac{0,2804 \times V}{g}$$

$$p = \% \text{ CaO}$$

V = aantal ml gesteld kaliumpermanganaat 0,1 n gebruikt voor de titratie.

g = gewicht in grammen van het monster aanwezig in het afgepipeteerde deel van de oplossing.

B. Calciumsulfaat

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent Ca.

Prélever à la pipette 25 ml de la solution limpide et les introduire dans un bécher de 500 ml; ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (réactif 10) et de l'eau (réactif 1) pour obtenir un volume d'environ 100 ml. Déterminer la teneur en calcium selon la méthode Ca-02, technique analytique décrite sous B.

B. Sulfate de calcium

Peser à 1 mg près 0,5 g de l'échantillon destiné à l'analyse et l'introduire dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter environ 450 ml d'eau (réactif 1) à la température d'environ 20°C, contenant 5 g de saccharose (réactif 2) et agiter au sultateur pendant deux heures. Porter au volume, mélanger et filtrer. Prélever à la pipette 100 ml de solution limpide, les introduire dans un bécher de 500 ml et y ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (réactif 10). Déterminer la teneur en calcium selon la méthode Ca-02, technique analytique décrite sous B.

7. Expression du résultat

A. Nitrate de calcium

Exprimer le résultat de l'analyse en pourcent de CaO.

$$p = \frac{0,2804 \times V}{g}$$

$$p = \% \text{ CaO}$$

V = nombre de millilitres de liqueur titrée de permanganate de potassium 0,1n utilisés lors de la titration.

g = poids de l'échantillon, en grammes, présent dans la quantité de solution prélevée à la pipette.

B. Sulfate de calcium

Exprimer le résultat de l'analyse en pourcent de Ca.

$$p = \frac{0,2004 \times V}{g}$$

$$p = \frac{0,001 \times V}{g}$$

p = % calcium

p = % de calcium

V = aantal ml gesteld kaliumpermanganaat 0,1 n gebruikt voor de titratie.

V = nombre de millilitres de li-  
queur titré de permanganate de  
potassium 0,1 n utilisés lors  
de la titration.

g = gewicht in grammen van het monster aanwezig in het afgepipeteerde deel van de oplossing.

g = poids en grammes de l'échan-  
tillon, se trouvant dans le  
volume en solution, prélevé à  
la pipette.

Indien een voordroging werd toege-  
past, dient de formule voor de bere-  
kening als volgt te worden aange-  
vuld teneinde het gehalte aan cal-  
cium in de oorspronkelijke stof te ver-  
krijgen :

En cas de prédessiccation de l'échan-  
tillon, compléter la formule comme  
suit afin d'obtenir la teneur en cal-  
cium dans la matière originale :

$$p = \frac{0,2004 \times V}{g} \times \frac{(100 - a)}{100}$$

$$p = \frac{0,2004 \times V}{g} \times \frac{(100 - a)}{100}$$

a = gewichtsverlies per 100 g stof bij de voordroging.

a = perte de poids de 100 g de matière lors de la prédessiccation.

Methode BII-Ca-4 : Bepaling van calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm, uitgedrukt als calciumcarbonaat

Méthode BII-Ca-4 : Détermination du calcium et/ou du magnésium sous forme neutralisante et exprimée en carbonate de calcium

### 1. Principe

De basische werking van een meststof berust in de praktijk op haar gehalte aan calcium- en magnesiumcarbonaten en/of oxiden en/of hydroxiden. Bij een eerste bewerking worden de oxiden en hydroxiden in carbonaten omgezet door kooldioxide te leiden door een suspensie van de waar in een mengsel van ethanol en water. Na verwijdering van de alcohol en van de overmaat kooldioxide door koken, wordt gedurende een tweede bewerking de totale hoeveelheid gebonden kooldioxide verdreven door de inwerking van zuur. Dit kooldioxide wordt gebonden door natronkalk en gewogen. Indien de meststof geen calciumoxide en/of magnesiumoxide en/of hydroxiden bevat wordt slechts de tweede bewerking uitgevoerd:

### 2. Toepassingsgebied

De methode is toepasbaar voor alle meststoffen van Hoofdstuk I van de bijlage die calciumoxide en/of calciumhydroxide en/of calciumcarbonaat en/of de analoge magnesiumverbindingen bevatten en waarin het gehalte aan calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm, uitgedrukt in calciumcarbonaat wordt gegarandeerd.

### 3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

### 1. Principe

L'action basique d'un engrais est basée en pratique sur sa teneur en carbonates, et/ou oxydes et/ou hydroxydes de calcium et/ou de magnésium. Au cours d'une première opération on transforme les oxydes et hydroxydes en carbonates en faisant barboter du dioxyde de carbone dans un mélange éthanol et eau, tenant la matière en suspension. Après élimination de l'alcool et de l'excès de dioxyde de carbone par ébullition on dégage au cours d'une deuxième opération par une attaque acide la totalité du dioxyde de carbone combiné. Ce dioxyde de carbone est absorbé sur chaux sodée et pesé. Si l'engrais ne contient pas d'oxydes et/ou hydroxydes de calcium et/ou de magnésium, on n'effectue que la deuxième opération.

### 2. Domaine d'application

La méthode est applicable à tous les engrais, figurant au chapitre I, qui contiennent de l'oxyde de calcium et/ou de l'hydroxyde de calcium et/ou du carbonate de calcium et/ou des composés magnésiens analogues et pour lesquels la teneur en calcium et/ou magnésium sous forme neutralisante, exprimée en carbonate de calcium est garantie.

### 3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse.

Voir Chapitre I.

Hatte produkten moeten vóór deze bewerkingen op passende wijze vóórge droogd worden.

Les produits humides seront séchés de façon appropriée avant ces opérations.

4. Apparatuur

4. Appareillage

A. Eerste bewerking :

A. Première opération :

- kolf van 500 ml met drie halzen
- een pijpje dat tot op enkele millimeters van de bodem van de kolf reikt en dat eindigt op een plaat van gesinterd glas. Deze pijp moet kunnen worden aangesloten op een koolzuurfles voorzien van een reductieventiel gedurende de eerste bewerking en op een absorptiebuis voor lucht- (natronkalk en silicagol) bij de tweede bewerking.
- een koeler met recht buis, van 25 cm nuttige lengte.

- ballon à 3 voies de 500 ml.
- une canule plongeant à quelques millimètres du fond du ballon et terminée par une plaque de verre fritté. Cette canule doit pouvoir être branchée sur une bonbonne de dioxyde de carbone munie d'un manomètre détenteur dans la première opération et sur un tube purificateur d'air - (chaux sodée et silicagol) dans la deuxième opération.
- un réfrigérant à tube droit, de 25 cm de longueur efficace.

B. Tweede bewerking :

B. Deuxième opération :

Behalve de apparaten voorzien voor de eerste bewerking :

Outre les appareils prévus pour la première opération :

- een wasflesje voor waterdamp, voorzien van glaspapels en geconcentreerd zwavelzuur.
- twee absorptieflessen kool-dioxide (wasflessen van 350 ml met porceuze plaat).
- een waterstraalpomp met regelbare onderdruk.
- een buis voor het zuiveren van lucht (cylindrische buis van 100 ml, voorzien van kraan die natronkalk en gekorrelde silicagol bevat).
- een cilindrische buis van 100 ml, voorzien van kraan en stop, voor het laten bijvloeien van het zuur in de kolf van 500 ml en die op de derde hals van de kolf geplaatst worden.
- een spathelm -(splash head)

- une trappe pour vapeur d'eau, pourvue de billes de verre et d'acide sulfurique concentré.
- deux absorbeurs de dioxyde de carbone (flacons laveurs de 350 ml à plaque poreuse)
- une trompe à eau, à vide réglable.
- un tube purificateur d'air (chaux sodée et silicagol en perles dans une ampoule cylindrique de 100 ml, munie d'un robinet).
- une ampoule cylindrique de 100 ml, munie d'un robinet et d'un bouchon, destinée à introduire l'acide dans le ballon de 500 ml et pouvant se fixer sur la troisième voie de ce ballon.
- une boule déflécatrice (boule de Raitner : splash head).

5. Reagentia

Eerste bewerking :

- (1) kooldioxide in gascilinder ;
- (2) 1 % ethanol oplossing in water;
- (3) brokjes ijs.

Tweede bewerking:

- (4) zoutzuur 5 n ;
- (5) natronkalk ;
- (6) gekorreld droog silicagel (blauw)
- (7) geconcentreerd zwavelzuur d=1,84
- (8) calciumcarbonaat p.a.

6. Werkwijze

Eerste bewerking

- Plaats een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van 2 tot 5 g van het monster (afhankelijk van de samenstelling) in een kolf van 500 ml met drie halzen; voeg 200 ml ethanoloplossing 1 % (reagens 2) toe en zet de kolf in brokjes ijs.
- Verbind het pijpje met het reduceerventiel van de kooldioxide gascilinder en breng het in de kolf (schema 1).
- Leid kooldioxide (reagens 1) door. Het doorborrelen mag niet hevig zijn. Duur van het doorborrelen : minimum 6 uur (schema 1)
- Verbind met de koeler, maak de aansluiting met de gascilinder los, sluit de derde hals af en kook gedurende ongeveer drie kwartuur om de overmaat kooldioxide en de alcohol te verdrijven (schema 2).

5. Réactifs

Première opération :

- (1) dioxyde de carbone en bombonne sous pression ;
- (2) solution 1% d'éthanol dans l'eau
- (3) glace pilée.

Deuxième opération :

- (4) acide chlorhydrique 5 n;
- (5) chaux sodée
- (6) silicagel sec en perles (bleu);
- (7) acide sulfurique concentré d 1,84;
- (8) carbonate de calcium p.a.

6. Technique analytique

Première opération

- Selon la composition, placer de 2 à 5g de l'échantillon, pesé à 1 mg près, dans le ballon de 500 ml à trois voies; ajouter 200 ml de solution d'éthanol 1 % (réactif 2) et placer le ballon dans de la glace pilée.
- Raccorder la canule au manomètre-détendeur d'une bombonne de dioxyde de carbone et l'introduire dans le ballon (schéma 1).
- Faire barboter le dioxyde de carbone (réactif 1). Le barbotage ne peut pas être violent. Durée du barbotage minimum 6 heures (schéma 1).
- Raccorder le réfrigérant, débrancher la bombonne de dioxyde de carbone, boucher la troisième voie et faire bouillir pendant environ 3/4 d'heure pour éliminer l'excès de dioxyde de carbone et d'éthanol (schéma 2).

Tweede bewerking

- Bereiding van het wasflesje voor waterdamp: het flesje wordt gewassen en goed gedroogd. Het wordt eerst opgevuld met gewassen en gedroogde glasparels. Vervolgens wordt geconcentreerd zwavelzuur toegevoegd tot op 2/3 van de hoogte van de fles. Dit wasflesje wordt op een droge plaats en afgesloten van de lucht bewaard wanneer het niet gebruikt wordt. Het is wenselijk voor elke serie bepalingen een ander opvangflesje voor waterdamp te bereiden.

- Bereiding van de buis voor het zuiveren van lucht: de cilindrische buis van 100 ml met kraan wordt achtervolgens gevuld tot op 1/3 van zijn hoogte met gekorrelde silicagel en de overige 2/3 met natronkalk.

- Bereiding van de kooldioxide absorptieflessen: eerst wordt opgevuld met natronkalk tot op 2/3 van de hoogte en vervolgens wordt aangevuld met silicagel. De eerste absorptiefles is gewoonlijk verzadigd na een twintigtal analyses.

Uitvoering

Stel de apparatuur op overeenkomstig schema 3, zonder deze te verbinden met de absorptieflessen voor kooldioxide, of met het wasflesje voor waterdamp (de waterstraalpompe is verbonden met de koeler).

Sluit de kraan van de buis voor het zuur af en giet er 50 ml chloorwaterstofzuur 5 n (reagens 4) in, plaats de stop op de buis.

Open de kraan van de buis voor het zuiveren van lucht. Zuig langzaam met de waterstraalpompe gedurende 15 minuten om het kooldioxide uit de apparatuur te verwijderen. Zet het afzuigen stop en laat daarna, zonder deze verbinding met de pomp los te maken, de luchtdruk weer tot evenwicht komen (een kwartuur tot een half uur).

Deuxième opération

- Préparation de la trappe à vapeur d'eau: le tube est lavé et convenablement séché. On le remplit d'abord de billes de verre lavées et séchées. Ensuite on ajoute de l'acide sulfurique concentré aux 2/3 de la hauteur du tube. Cette trappe est maintenue à l'abri de l'humidité et de l'air quand elle est hors service. Il est bon de préparer une trappe à vapeur d'eau pour chaque série de dosages.

- Préparation du tube purificateur d'air: le tube constitué d'une ampoule cylindrique de 100 ml avec robinet, est rempli successivement au 1/3 inférieur de sa hauteur par du silicagel en perles et pour les autres 2/3 avec de la chaux sodée.

- Préparation des absorbeurs de dioxyde de carbone: on les remplit aux 2/3 de la hauteur avec de la chaux sodée et on les complète avec du silicagel. Normalement, le premier absorbeur est saturé après une vingtaine d'analyses.

Technique

Installer l'appareillage selon le schéma 3, sans raccorder les absorbeurs de dioxyde de carbone, ni la trappe à vapeur d'eau (la trompe à vide étant raccordée au réfrigérant.).

Après avoir fermé le robinet de l'ampoule cylindrique à acide, y verser 50 ml d'acide chlorhydrique 5 n (réactif 4) et boucher l'ampoule.

Ouvrir le robinet du tube purificateur d'air. Aspirer lentement pendant 15 minutes pour évacuer tout le dioxyde de carbone contenu dans l'appareil. Arrêter l'aspiration et, sans débrancher la canalisation de vide, laisser revenir ensuite à l'équilibre de pression (un quart d'heure à une demi-heure).

Sluit de kraan van de buis voor het zuiveren van de lucht af, verbind overeenkomstig schema 3 met het wasflesje voor waterdamp en de twee absorptieflessen voor kooldioxide, die vooraf gewogen werden, open de kraan van de buis met het zuur zonder de stop eraf te nemen.

Laat het zuur, druppelsgewijze, toe-vloeien terwijl de onderdruk zo ge-regeld wordt dat per seconde 2 à 3 gasbellen ontsnappen uit de opvang-fles voor waterdamp. Om de snelheid van de kooldioxidestroom beter te kunnen beoordelen, is het aan te bevelen tussen de spathelm en de opvangfles voor waterdamp een wasflesje met parafino-olie te brengen.

Stel vijf minuten na het toevoegen van de laatste druppels zuur, de koe-ler in werking en breng langzaam op kooktemperatuur. Kook gedurende 10 minuten en regel ondertussen de koo-ling en de onderdruk op zulke wijze dat de condensatie van de damp de spathelm niet passeert.

Beëindig daarna, de verwarming en open langzaam de kraan van de buis voor het zuiveren van lucht. Regel de onderdruk zodanig dat 2-3 gas-bellen per seconde passeren. Beëindig na 15 minuten het aanzuigen en laat de druk tot evenwicht komen. Ontkoppel de absorptieflessen voor kooldioxide en weeg ze snel.

De gewichtstoename van de eerste absorp-tiefles en eventueel ook die van de tweede geeft het gewicht van het vrij-gekomen en geabsorbeerd kooldioxide aan. Het nawegen van de tweede absorp-tiefles dient om na te gaan of al het kooldioxide wel in de eerste fles geabsorbeerd werd. Dit is niet het geval indien :

- 1) de luchtzuiging te sterk is geweest;
- 2) de eerste absorptiefles ver-nadigd was.

7. Controle

Vóór het uitvoeren van de bepalingen, de goede werking van het apparaat en de nauwkeurige uitvoering van de werk-wijze nagaan door 2 g calciumcarbonaat p.a. (reactief 8) aan de tweede be-werking te onderwerpen.

Fermer le robinet du tube purifica-teur d'air, raccorder suivant le schéma 3, la trappe à vapeur d'eau et les deux absorbeurs de dioxyde de car-bone, préalablement pesés, et ouvrir le robinet de l'ampoule à acide, sans ôter le bouchon.

Laisser couler l'acide goutte à goutte en réglant l'aspiration de telle ma-nière que 2-3 bulles par seconde se dégagent de la trappe à vapeur d'eau. Pour mieux apprécier la vitesse de l'aspiration du dioxyde de carbone, il est recommandable d'intercaler entre la boule déflégmatrice et la trappe à vapeur d'eau, un barboteur à huile de paraffine.

Cinq minutes après l'introduction des dernières gouttes d'acide, mettre en marche le réfrigérant et amener lente-ment à ébullition.

Bouillir 10 minutes, en réglant la re-frigération et l'aspiration de telle manière que la condensation de la ve-peur d'eau ne dépasse pas la boule dé-flégmatrice. Après ce temps arrêter de chauffer et ouvrir lentement le robinet du tube purificateur d'air. Régler l'aspiration pour maintenir le débit de 2-3 bulles par seconde pendant 15 minutes. Arrêter l'aspi-ration et laisser revenir l'équilibre de pression. Débrancher les absorbeurs de dioxyde de carbone et les peser rapidement. L'augmentation de poids du premier absorbeur et éventuellement du second absorbeur donne le poids de dioxyde de carbone dégagé et absorbé.

La pesée du deuxième absorbeur sert à vérifier si tout le dioxyde de car-bone a été absorbé dans le premier. Ceci n'est pas le cas si :

- 1) l'aspiration a été trop rapide ;
- 2) le premier absorbeur est saturé.

7. Vérification

Préalablement aux analyses, contrôler le bon fonctionnement de l'appareil et l'exécution correcte de la technique en traitant 2 g de carbonate de calcium p.a. (réactif 8) selon la deuxième opération.

Er moet theoretisch 879,4 mg kool-  
dioxide gevonden worden.

Il faut obtenir théoriquement 879,5  
mg de dioxyde de carbone.

6. Uitsdrukken van de uitslag

8. Expression du résultat

De uitslag wordt berekend als procent  
calciumcarbonaat in de meststof.

Le résultat est exprimé en pourcentage  
de carbonate de calcium de l'engrais.

Berekening :

Calcul :

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{G \times 2,274 \times 100}{e}$$

$$\% \text{CaCO}_3 = \frac{P \times 2,274 \times 100}{e}$$

G = gewicht van het opgeslorpte kool-  
dioxide in g.

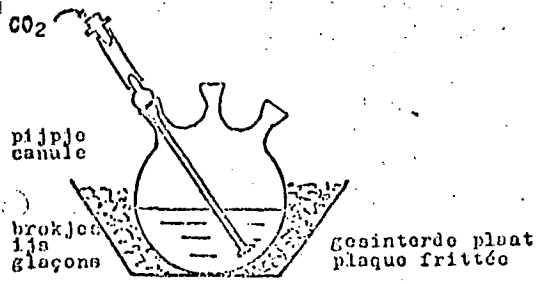
P = poids du dioxyde de carbone absorbé  
exprimé en g.

e = gewicht van het monster in g.

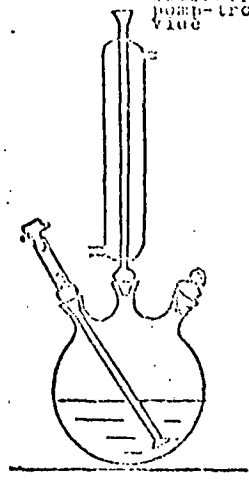
e = poids de l'échantillon exprimé en  
g.



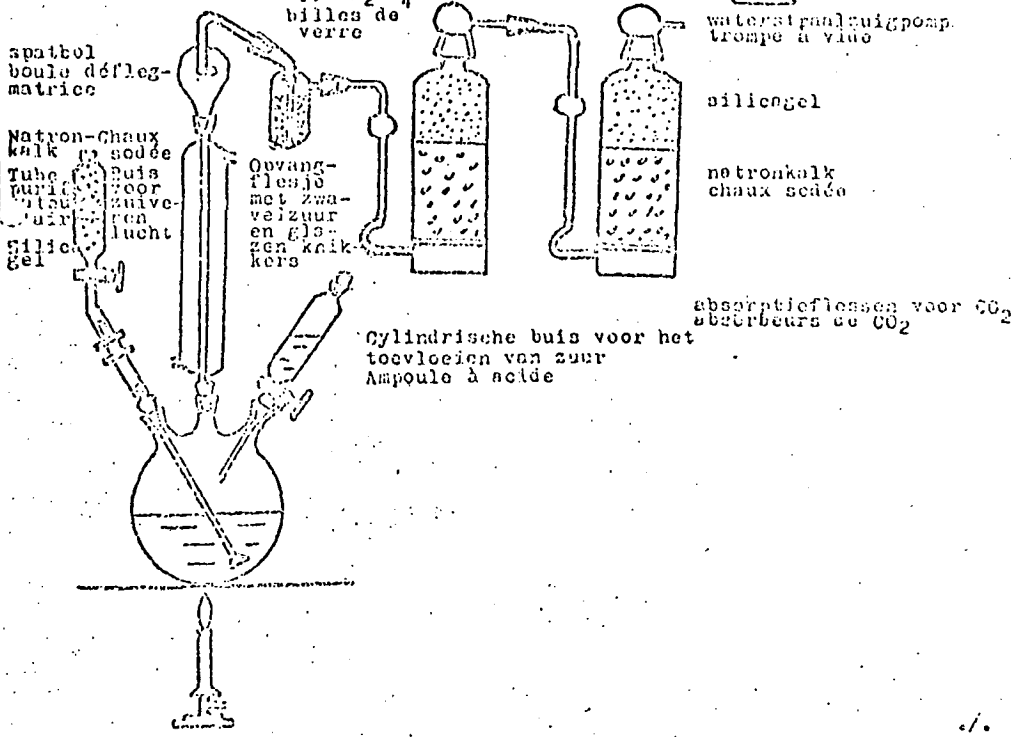
Schema 1



Schema 2  
Waterstraalpompe  
pompe-trompe à  
vide



Schema 3  
Trappe H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
billes de  
verre



Methode BNI-Ca-5 : Bepaling van het basenequivalent

Méthode BNI-Ca-5 : Détermination de l'équivalent-base

1. Doel en principe

De meststoffen kunnen een invloed uitoefenen op de zuurgraad van de bodem. Deze invloed wordt bepaald door het totaal van de bestanddelen van de meststof zoals deze in de handel gebracht wordt.

De methode heeft tot doel de waarde van de uiteindelijke reactie van de meststof na toevoeging aan de bodem te bepalen.

Zij bestaat uit drie bepalingen :

- 1) een bepaling van het basenequivalent van de as door titratie met zuur ;
- 2) een bepaling van het gehalte aan stikstof totaal ;
- 3) een bepaling van het  $P_2O_5$ , onoplosbaar in neutraal ammoniumcitraat (volgens methode A.O.A.C.).

De verkregen resultaten maken het mogelijk het getal van het basenequivalent per 100 kg meststof te berekenen, uitgedrukt als "zuurwerkend", "basisch werkend" of "neutraalwerkend".

2. Toepassingsgebied

De methode is van toepassing voor meststoffen, waarvoor een garantie wordt gegeven hetzij voor calcium, oplosbaar in mineraalzuur, uitgedrukt als calcium, hetzij voor calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm, uitgedrukt in calciumcarbonaat.

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

1. Objet et principe

Les engrais peuvent exercer une action sur l'acidité du sol. Cette action est fonction de tous les constituants de l'engrais tel qu'il est commercialisé.

La méthode a pour but de déterminer la valeur de la réaction finale de l'engrais après son incorporation au sol.

Elle consiste en trois déterminations :

- 1) une détermination de l'équivalent base des cendres par titration acide ;
- 2) une détermination de la teneur en azote total ;
- 3) une détermination du  $P_2O_5$  insoluble dans le citrate d'ammonium neutre (selon la méthode A.O.A.C.).

Les résultats obtenus permettent après calcul d'obtenir le nombre d'équivalent-base pour 100 kg d'engrais exprimé en "réaction acide", réaction basique" ou "réaction neutre".

2. Domaine d'application

La méthode est d'application aux engrais dont, le calcium soluble dans un acide minéral, exprimé en calcium, ou bien le calcium et/ou le magnésium sous forme neutralisante, exprimé en carbonate de calcium, sont garantis.

3. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

4. Apparatuur

- porseleinon schaal van 100 à 150ml;
- zandbad
- waterbad
- oven met temperatuurregelaar
- Goochkroesje
- waterstraalluchtpomp
- pH -meter
- normale laboratoriumapparatuur

5. Reagentia

(1) Indicatormengsel : 0,1 g broomcresolgroen - 0,02 g methyloranje

Na aanwrijven van deze hoeveelheden, langzaam 2 ml NaOH 0,1 n toevoegen en vervolgens verdunnen met water tot 100 ml en mengen.

(2) Natriumcarbonaat-saccharose-oplossing

106 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (of 286 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) en 50 g saccharose oplossen in water. Aanvullen tot 1 liter en mengen.

(3) Dezelfde oplossing als onder (2), echter zonder toevoeging van saccharose.

(4) Natriumhydroxide-oplossing : 0,5n

(5) Zoutzuur-oplossing : n

4. Appareillage

- capsule en porcelaine de 100 à 150 ml;
- bain de sable
- bain-marie
- four équipé d'un régulateur de température
- creuset de Gooch
- trompe à vide
- pH -mètre
- appareillage normal de laboratoire

5 Réactifs

(1) Mélange indicateur : 0,1 g de vert de bromocrésol - 0,02 g de méthyl-orange

Après trituration de ces deux quantités, ajouter lentement 2 ml de NaOH 0,1 n et diluer ensuite à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

(2) Solution de carbonate de sodium-saccharose.

Dissoudre 106 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (ou 286g  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) et 50 g de saccharose dans de l'eau.

Porter à 1 litre et mélanger.

(3) Même solution qu'en (2), mais sans saccharose.

(4) Solution d'hydroxyde de sodium: 0,5 n

(5) Solution d'acide chlorhydrique : n.

(6) Koolpoeder p.a. vrij van fosfaten

(6) Noir de charbon p.a. exempt de phosphates.

(7) Bufferoplossing van pH = 4,3 :

(7) Solution tampon à pH = 4,3 :

500 ml van een 0,1 n kaliumbiphtalaatoplossing ( $C_8H_5KO_4$ ) + 4,7 ml NaOH 0,1 n.  
Te gebruiken bij 25° C.

50 ml de solution 0,1 n de phtalate acide de potassium ( $C_8H_5KO_4$ ) + 4,7 ml de NaOH 0,1 n.  
A utiliser à 25° C.

6. Analysetechniek voor de bepaling van het basenequivalent van de as.

6. Technique analytique pour la détermination de l'équivalent bas des cendres.

Weeg op 1 mg nauwkeurig 0,25 g van het bereide monster.

Peser à 1 mg près, 0,25 g de l'échantillon préparé.

A. Voor enkelvoudige en samengestelde meststoffen die minder dan 1% nitraatstikstof bevatten.

A. Pour les engrais simples et composés contenant moins de 1% d'azote nitrique.

Breng de afgewogen hoeveelheid in een porseleinen schaal van 100 à 150 ml. Voeg met een pipet 10 ml  $Na_2CO_3$ -saccharose-oplossing (reagens 2) toe en meng zorgvuldig met de afgewogen hoeveelheid.

Placer la prise d'essai dans une capsule en porcelaine de 100 à 150 ml. Prélever à la pipette 10 ml de solution  $Na_2CO_3$ -saccharose (réactif 2) et mélanger soigneusement avec la prise d'essai.

(\*). Plaats de schaal in het zandbad zodanig dat het zand even hoog komt als het mengsel. Damp volledig droog. (Plaats, teneinde verliezen door spatzen te voorkomen, boven het mengsel een kegelvormig gevouwen asvrij papier filter zodanig dat de basis van de kegel blijft rusten op de binnenwand van de schaal; de top van de kegel wordt afgesneden teneinde een uitlaatopening te vormen van 3 mm diameter).

(\*). Enfoncer la capsule dans le bain de sable jusqu'à la hauteur du mélange. Evaporer jusqu'à siccité complète. (Pour éviter les pertes par projection, placer au-dessus du mélange un cône de papier filtre sans cendres de telle manière que la base du cône s'appuie entièrement sur la paroi interne de la capsule; le sommet du cône est coupé pour former une cheminée d'échappement de 3 mm de diamètre).

Plaats vervolgens de schaal in een oven op 250° C en voer geleidelijk de temperatuur op tot 575-600° C. Laat daarna gedurende 1 uur bij deze temperatuur staan.

Placer ensuite la capsule dans un four à 250° C et augmenter la température graduellement jusqu'à 575-600° C. Laisser la capsule dans le four à cette température pendant 1 heure.

Neem de schaal uit de oven en laat afkoelen. Voeg 50 ml water toe, dek af met een horlogeglas en voeg voorzichtig 30 ml HCln (reagens 5) toe langs de tuit van de schaal.

Retirer la capsule et laisser refroidir. Ajouter 50 ml d'eau, couvrir d'un verre de montre et ajouter prudemment 30 ml d'HCl n (réactif 5) par le bec verseur de la capsule.

Plaats, wanneer het opbruisen beëindigd is, de afgedekte schaal gedurende een uur op het kokend waterbad. Titreer daarna volgens een der volgende methoden :

A la fin de l'effervescence, placer la capsule couverte pendant une heure sur un bain-marie bouillant. Titrer ensuite selon une des méthodes suivantes :

a) Met het indicatormengsel

Filtreer de oplossing door een papier- en filterdoek of asbestfilter- (vooraf behandeld met een HCl n-oplossing en vervolgens gemassen met H<sub>2</sub>O tot het filtraat neutraal reagiert).

De filtratie geschiedt onder verminderde druk in een Goochkroosje. Was het neerslag uit met warm water, dat opgevangen en bij het filtraat gevoegd wordt.

Breng na afkoeling, het houders filtraat met het waswater tot een volume van circa 100 ml. Voeg 0,4 ml van het indicatormengsel (reagens 1) toe en titreer met de NaOH 0,5 n (reagens 4) oplossing tot lichtgroene kleur.

Gebruik de bufferoplossing van pH 4,3 (reagens 7) ter vergelijking van de kleur van het omslagpunt.

Voer een blanco-bepaling uit als volgt: breng met behulp van een pipet 10 ml reagens 2 in een erlenmeyer van 250 ml.

Voeg voorzichtig 30 ml HCl n (reagens 5) toe. Kook zachtjes gedurende enkele minuten om het CO<sub>2</sub> te verdrijven. Koel af. Titreer met NaOH 0,5 n (reagens 4).

Het aantal ml NaOH 0,5 n, bij deze titratie gebruikt, geeft het resultaat van de blanco-proef.

b) Met de glaselectrode

Laat de oplossing tot kamertemperatuur afkoelen zonder te filteren. Titreer de oplossing in een bekersglas van 150 ml met de NaOH 0,5 n (reagens 4) oplossing tot pH 4,3.

Deze titratie wordt uitgevoerd met een pH-meter met glaselectrode onder voortdurend roeren.

Voer een blanco-bepaling uit zoals beschreven onder a).

a) Avec le mélange indicateur

Filtreer la solution sur un disque de papier filtre ou un filtre d'amiante (traité au préalable par une solution d'HCl n et lavé ensuite avec H<sub>2</sub>O jusqu'à neutralité du filtrat).

La filtration se fait sous vide partiel dans un creuset de Gooch. Laver le précipité avec de l'eau chaude, laquelle est recueillie et ajoutée au filtrat.

Après refroidissement, l'ensemble filtrat clair et eaux de lavage est porté à 100 ml environ.

On ajoute 0,4 ml du mélange indicateur (réactif 1) et on titre avec la solution NaOH 0,5 n (réactif 4) jusqu'à coloration légèrement verte.

Utiliser la solution tampon à pH 4,3 (réactif 7) afin de comparer la couleur du virage.

Faire un essai à blanc de la façon suivante: prélever à la pipette 10 ml du réactif 2 dans un erlenmeyer de 250 ml.

Ajouter avec précaution 30 ml d'HCl n (réactif 5). Faire bouillir doucement pendant quelques minutes pour éliminer le CO<sub>2</sub>. Laisser refroidir. Titrer avec une solution de NaOH 0,5 n (réactif 4). Le nombre de ml de NaOH 0,5 n utilisé pour cette titration donne le résultat de la titration à blanc.

b) A l'électrode de verre

Laisser refroidir sans filtrer la solution jusqu'à la température ambiante. Titrer la solution dans un becher de 150 ml avec la solution NaOH 0,5 n (réactif 4) jusqu'à pH 4,3.

Cette titration se fait au moyen d'un pH-mètre à électrode de verre en agitant continuellement la solution.

Faire un essai à blanc comme décrit en a).

B. Voor enkelvoudige of samengestelde meststoffen die meer dan 1% nitrantstikstof bevatten.

B. Pour les engrais simples ou composés contenant plus de 1% d'azote nitrrique

Plaats de afgewogen hoeveelheid in een porseleinen schaal van 100 à 150 g, voeg met de pipet 10 ml reagens 3 toe, voeg 0,25 g koolpoeder (reagens 6) toe en meng zorgvuldig.

Placer la prise d'essai dans une capsule en porcelaine de 100 à 150 ml, prélever à la pipette 10 ml du réactif 3, ajouter 0,25 g de noir de charbon (réactif 6) et mélanger prudemment.

Vervolg zoals beschreven ond A vanaf (\*). Voer een blanco-bepaling uit zoals beschreven onder A a).

Continuer comme décrit sous A à partir : (\*). Faire un essai à blanc comme décrit en A a).

7. Berekening

7. Calcul

1) Men trekt algebraïsch het aantal ml van de titratie van de as van het monster af van het aantal ml verkregen bij de blanco-titratie. Men behoudt het algebraïsch teken van het verkregen getal. Men vermenigvuldigt het verkregen verschil met 5,608.

1) On soustrait algébriquement le nombre de ml de la titration des cendres de l'engrais du nombre de ml de la titration à blanc. On conserve le signe algébrique du nombre obtenu. On multiplie le résultat de cette soustraction par 5,608.

2) Het gevonden gehalte in procent aan stikstof-totaal (volgens N-07 of N11) wordt vermenigvuldigd met 1,001. Men geeft aan het verkregen getal het minus teken (-).

2) La teneur en pourcent d'azote total trouvée (selon N-07 ou N-11) est multipliée par 1,001. On donne à ce nombre obtenu le signe négatif (-).

(3) Het gehalte in procent aan P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> onoplosbaar in neutraal citraat (pH = 7) wordt vermenigvuldigd met 0,790. Aan dit getal wordt het minus-teken (-) gegeven.

3) La teneur en pourcent de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> insoluble dans le citrate d'ammonium neutre (pH = 7) est multipliée par 0,790. On donne à ce nombre le signe négatif (-).

Men telt algebraïsch de uitslagen verkregen onder 1, 2 en 3 samen om zo het getal X te verkrijgen van het basenequivalent per 100 kg meststof.

On fait la somme algébrique des résultats obtenus sous 1, 2 et 3 ce qui donne le nombre X d'équivalent-base par 100 kg d'engrais.

Indien dit getal hoger is dan +5, neemt men aan dat de meststof basisch werkt.

Si ce nombre est supérieur à +5, on considère l'engrais comme ayant une réaction basique.

Indien dit getal lager is dan -5, neemt men aan dat de meststof zuurwerkend is.

Si ce nombre est inférieur à -5 on considère l'engrais comme ayant une réaction acide.

In de overige gevallen wordt volgens de reglementering aangenomen dat de meststof neutraalwerkend is.

Dans les autres cas l'engrais est considéré, selon la réglementation, comme ayant une réaction neutre.

B. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat wordt al naargelang van het geval als volgt uitgedrukt:

- a) indien het verkregen getal (X) lager is dan -5;  
"basen equivalent : - x zuurwerkend"
- b) indien het verkregen getal (X) hoger is dan + 5 ;  
"basen equivalent : + x basisch werkend"
- c) in alle andere gevallen :  
" Basenequivalent : + X respectievelijk - X neutraalwerkend "

D. Expression du résultat

Le résultat est exprimé, selon le cas, comme suit :

- a) lorsque le nombre obtenu (X) est inférieur à -5;  
"équivalent base : -x réaction acide"
- b) lorsque le nombre obtenu (x) est supérieur à + 5 :  
" équivalent base : + x réaction basique"
- c) dans les autres cas :  
" équivalent base : + X ou selon le cas - X réaction neutre".

HOOFDSTUK V : BEPALING VAN  
ZWAVEL EN BARIUM

Methode BNL-S-1 : bepaling van  
zwavelzuuranhydride oplosbaar in  
water

1. Principe

Sulfaten worden opgelost in water;  
in de verkregen oplossing wordt het  
sulfaat neergeslagen als barium-  
sulfaat.

2. Toepassingsgebied

Toepasbaar voor de producten opge-  
nomen in hoofdstuk I van de bijlage  
van de reglementering en waarvoor  
de waarborg voor het gehalte aan  
zwavel oplosbaar in water en af-  
komstig van het sulfaat-anion toe-  
gelaten is.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

- Roteerapparaat, 35 tot 40 om-  
wentelingen per minuut;
- waterbad;
- koffeloven;
- filtreerkroes van porcelein,  
poriënwijdte 5 tot 15 micron;
- goed gereinigd glaswerk en  
normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of gedeminerali-  
seerd water.
- (2) Saccharose
- (3) Zoutzuur 3 n.
- (4) Zoutzuur 8 n.
- (5) Bariumchloride-oplossing, 0,08 n.

CHAPITRE V : DETERMINATION DU SOUFRE  
ET DU SODIUM

Méthode BNL-S-1 : Détermination de  
l'anhydride sulfurique soluble dans l'eau

1. Principe

Dissolution des sulfates dans l'eau;  
dans la solution obtenue, les sulfates  
sont précipités sous forme de sulfate  
de baryum.

2. Domaine d'application

Applicable aux produits repris au chapitre  
I de l'annexe de la réglementation et  
pour lesquelles une garantie de teneur  
en soufre soluble dans l'eau, provenant  
de l'anion sulfate, est admise.

3. Préparation de l'échantillon destiné  
à l'analyse.

Voir Chapitre I.

4. Appareillage

- Agitateur rotatif (culbuteur 35 à  
40 tours par minute);
- bain-marie;
- four à moufle;
- creuset filtrant de porcelaine; ouver-  
ture des pores de 5 à 15 microns;
- verrerie bien nettoyée et appareillage  
normal de laboratoire.

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou déminéralisée.
- (2) Saccharose.
- (3) Acide chlorhydrique 3 n.
- (4) Acide chlorhydrique 8 n.
- (5) Solution de chlorure de baryum 0,08 n



(6) Dinatriumzout van ethyleendiami-  
nolotetraazijnzuur (EDTA)

(6) Sel sodique de l'acide éthylène-  
diaminotétrazéacétique (EDTA)

6. Analyse-uitvoering

6. Technique analytique

A. Bereiding van de oplossing

A. Préparation de la solution

1. In alle gevallen behalve die voor-  
zien in punt A.2.

Breng een tot 1 mg nauwkeurig afge-  
wogen hoeveelheid van het analyse-  
monster van bij voorkeur 2g, waarin  
ten hoogste 1 g SO<sub>3</sub>, aanwezig is, in  
een maatkolf van 200 ml. Voeg 100 ml  
water (reagens 1) toe en kook ge-  
durende 1 uur. Koel af, vul aan met  
water (reagens 1) tot 200 ml, meng  
en filtreer.

1. Pour tous les cas excepté le cas  
prévu au point A.2.

Dans un ballon jaugé de 200 ml intro-  
duire de préférence 2g d'échantillon  
préparé, pesés à 1 mg près et contenant  
au maximum 1 g de SO<sub>3</sub>. Ajouter 100  
ml d'eau (réactif 1) et faire bouillir  
pendant 1 heure. Refroidir, porter au  
volume de 200 ml avec de l'eau (réac-  
tif 1), mélanger et filtrer.

Pipetteer van het filtraat een ali-  
quot van bij voorkeur 25 ml welke  
ten hoogste 130 mg SO<sub>3</sub> mag bevat-  
ten, in een bekersglas van ca. 750ml.  
(Indien er meer dan 2,5 mg nitraat-  
stikstof in het afgepipeteerde deel  
aanwezig is, wordt na toevoeging van  
25 ml zoutzuur 8 n (reagens 4) op een  
kokend waterbad in een schaal inge-  
dampt tot droog. Daarna wordt de in-  
houd van deschaal met heet water  
overgebracht in een bekersglas van  
750 ml en afgekoeld).  
Voeg 4 ml zoutzuur 3 n (reagens 3)  
toe en breng met water (reagens 1)  
op een volume van circa 400 ml.

Introduire à la pipette dans un bécher  
d'environ 750 ml, une partie aliquotée  
de filtrat (25 ml de préférence) con-  
tenant au maximum 130 mg de SO<sub>3</sub>.  
(Si la partie aliquotée pipetée renferme  
plus de 2,5 mg d'azote nitrique, ajou-  
ter 25 ml d'acide chlorhydrique 8 n  
(réactif 4) et évaporer à sec dans une  
capsule au bain-marie bouilliant. Trans-  
vaser le contenu de la capsule avec de  
l'eau chaude dans un bécher de 750  
ml et refroidir).  
Ajouter 4 ml d'acide chlorhydrique 3 n  
(réactif 3) et amener à environ 400  
ml avec de l'eau (réactif 1).

Voeg, indien de oplossing gekleurd is  
(zelfs indien de kleur zwak is), 1 g  
van het natriumzout van EDTA (reagens  
6) toe om de eventuele invloed van  
ijzer, koper en kobalt op te heffen.  
De gevormde complexen zijn over het  
algemeen sterk gekleurd.

Lorsque la solution est colorée (même  
si cette coloration est faible) ajouter  
1 g de sel sodique d'EDTA (réactif 6)  
pour éliminer l'influence éventuelle  
du fer, du cuivre et du cobalt. Les  
complexes formés sont généralement  
fortement colorés.

2. Indien sulfaat aanwezig is in de  
vorm van calciumsulfaat en bij af-  
wezigheid van organische stof 1

Breng een tot op 1 mg nauwkeurig afge-  
wogen hoeveelheid van ca. 0,5 g van het  
analysemonster in een maatkolfje van  
500 ml. Voeg een oplossing van 5 g  
sacharose (reagens 2) in ca. 450 ml  
water (reagens 1) toe. Laat gedurende  
2 uren roteren in het rotoecappa-  
raat. Vul met water (reagens 1) aan  
tot 500 ml, meng en filtreer. Pipet-  
teer 200 ml van het filtraat (bij  
lage gehalten meer maar maximaal 400  
ml) in een bekersglas van 750 ml.

2. En présence de sulfate sans soufre  
de sulfate de calcium et en l'absence  
de matières organiques 1

Introduire dans un ballon jaugé de 500  
ml une quantité, pesée à 1 mg près,  
d'environ 0,5 g de l'échantillon pré-  
paré. Ajouter une solution de 5 g de  
succharose (réactif 2) dans environ  
450 ml d'eau (réactif 1). Agiter au  
cubuteur pendant 2 heures. Porter au  
volume de 500 ml avec de l'eau (réac-  
tif 1), mélanger et filtrer. Intro-  
duire à la pipette 200 ml de filtrat  
(pour des teneurs plus faibles une  
quantité plus élevée mais au maximum  
400 ml) dans un bécher de 750 ml.

Voeg 4 ml zoutzuur 3n (reagens 3) toe en breng met water (reagens 1) op een volume van ca. 400 ml;

Ajouter 4 ml d'acide chlorhydrique 3 n (réactif 3) et amener à environ 400 ml avec de l'eau (réactif 1).

### B. Eigenlijke bepaling

Verhit de oplossing tot koken. Voeg in een keer 75 ml kokende bariumchloride-oplossing (reagens 5) toe. Roor. Houd de vloeistof nog circa een half uur aan de kook. (Om regelmatig koken te bevorderen voegt men enkele stukjes filtreerpapier toe). Plaats het beker-glas met inhoud op een kokend water-bad en laat ca. anderhalf uur bezinken. Filtreer de nog warme inhoud over het tevoren gedroogd en gewogen porse-leinen filtreerkroesje. Was het neer-slag met heet water uit tot praktisch chloorvrij.

Voeg het kroesje aan buitenzijde en ondeckant af. Droog gedurende een half uur bij 140° C. Gloei vervolgens in een roffeleven bij 700° C gedurende één uur (zie opmerking). Koel af in een exsiccator en weeg de kroes met inhoud.

### B. Dosage

Porter la solution à ébullition. Ajouter en une fois 75 ml de solution de chlorure de baryum (réactif 5) portée à ébullition. Agiter. Maintenir le liquide encore environ une demi-heure à ébullition. (Pour favoriser une ébullition régulière, ajouter quelques morceaux de papier-filtre). Placer le bécquer avec son contenu sur un bain-marie bouillant et laisser déposer pendant environ une heure et demie. Filtrer à chaud sur un creuset filtrant en porcelaine, préalablement séché et taré. Javer le précipité à l'eau chaude jusqu'à ce qu'il soit pratiquement exempt de chlore. Essuyer l'extérieur et le dessous du creuset. Sécher pendant une demi-heure à 140° C. Calciner ensuite pendant une heure à 700°C dans un four à moufle (voir remarque). Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser le creuset avec son contenu.

### 7. Uitdrukking van het resultaat.

$$\% \text{SO}_3 = p \times 34,3 \times \frac{V}{a \times g}$$

waarin p = gewicht van het neerslag, uitgedrukt in gram;

V = totaal volume van de oplossing, uitgedrukt in milliliter;

a = volume van het aliquot gedeelte uitgedrukt in milliliter;

g = afgewogen hoeveelheid van het monster, uitgedrukt in grammen.

### 7. Expression du résultat

$$\% \text{SO}_3 = p \times 34,3 \times \frac{V}{a \times g}$$

dont p = poids du précipité en grammes;

V = volume total de solution, exprimé en millilitres;

a = volume de la partie aliquote, exprimé en millilitres;

g = poids de la prise d'essai, exprimé en grammes.

### 8. Opmerking.

Indien in het monster organische stof aanwezig is wordt het neerslag van bariumsulfaat 2 uur bij 800° C gegloeid i.p.v. 1 uur bij 700° C.

### 8. Remarque

Si l'échantillon renferme des matières organiques, le précipité de sulfate de baryum est calciné 2 heures à 800° C au lieu d'une heure à 700° C.

Methode BNL-Na-1 : Bepaling van natriumoxide, oplosbaar in water

Méthode BNL-Na-1 : Détermination de l'oxyde de sodium soluble dans l'eau

1. Principe

Van het analysemonster worden de natriumzouten met water in oplossing gebracht. Na eventueel verwijderen van de organische stof wordt het gehalte aan natrium vlamfotometrisch bepaald in aanwezigheid van caesiumchloride en ammoniumnitraat. Door het toevoegen van deze beide stoffen wordt de invloed van andere elementen praktisch opgeheven.

1. Principe

Les sels de sodium de l'échantillon à analyser sont mis en solution dans l'eau. Après élimination éventuelle des matières organiques, la teneur en sodium est déterminée par photométrie de flamme en présence de chlorure de césium et de nitrate d'aluminium. L'influence d'autres éléments est pratiquement éliminée par l'addition de ces deux substances.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren, opgenomen in hoofdstuk I van de bijlage van de reglementering waarvoor de waarborg voor het natriumoxide oplosbaar in water toegelaten is.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises, reprises au chapitre I de l'annexe de la réglementation, pour lesquelles la garantie en oxyde de sodium soluble dans l'eau est admise.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse.

Voir Chapitre I.

4. Apparatuur

Vlamfotometer geschikt voor metingen bij een golflengte van 589 nm.  
Roteerapparaat, 35 à 40 omwentelingen per minuut.  
Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

4. Appareillage

Photomètre de flamme permettant des mesures à une longueur d'onde de 589 nm.  
Agitateur rotatif (culbuteur), 35 à 40 tours par minute.  
Verrerie bien nettoyée et appareillage normal de laboratoire.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water.

(2) Broomwater : verzadigde oplossing van broom in water

(3) Zoutzuur (d = 1,12) p.a.

(4) Caesiumchloride p.a.

(5) Aluminiumnitraat Al (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O

5. Réactifs

(1) Eau distillée ou déminéralisée.

(2) Eau de brome : solution saturée de brome dans l'eau.

(3) Acide chlorhydrique (d = 1,12) p.a.

(4) Chlorure de césium p.a.

(5) Nitrate d'aluminium Al (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O.

(6) Droog natriumchloride p.a.

(6) Chlorure de sodium p.a. sec.

(7) Bufferoplossing : los 50 g caesiumchloride en 250 g aluminiumnitraat op in water, vul aan met water tot 1.000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een fles van kunststof. Deze oplossing kan uit de handel betrokken worden voor gebruik bij vlamfotometrische bepalingen.

(7) Solution tampon : dissoudre dans l'eau 50 g de chlorure de césium et 250 g de nitrate d'aluminium, porter au volume de 1.000 ml avec de l'eau et homogénéiser. Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique. Cette solution peut être obtenue dans le commerce pour des dosages par photométrie de flamme.

(8) Natrium-standaardoplossing : los 2,348 g natriumchloride op in water onder toevoeging van 5 ml zoutzuur (reagens 3), vul met water aan tot 1.000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een fles van kunststof. 1 ml van deze oplossing bevat 1,00 mg Na, overeenkomend met 1,348 mg Na<sub>2</sub>O.

(8) Solution étalon de sodium : dissoudre dans l'eau 2,348 g de chlorure de sodium en ajoutant 5 ml d'acide chlorhydrique (réactif 3), porter au volume de 1.000 ml avec de l'eau et homogénéiser. Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique. 1 ml de cette solution renferme 1,00 g de Na, correspondant à 1,348 mg de Na<sub>2</sub>O.

6. Analyse-uitvoering

6. Technique analytique

A. Extractie

A. Extraction

Neem een hoeveelheid van ca. 5 g van het analysemonster - tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen - in een maatkolf van 500 ml. Voeg ca. 400 ml water (reagens 1) toe. Plaats de kolf in het roterapparaat en laat gedurende 2 uren roteren. Vul met water (reagens 1) aan tot een volume van 500 ml en meng.

Introduire dans un ballon jaugé de 500 ml une quantité d'environ 5 g d'échantillon destiné à l'analyse pesée à 1 mg près. Ajouter environ 400 ml d'eau (réactif 1). Placer le ballon dans l'agitateur rotatif (culbuteur) et agiter pendant 2 heures. Porter au volume de 500 ml avec de l'eau (réactif 1) et homogénéiser.

B. Bereiding van de oplossing voor de eigenlijke bepaling.

B. Préparation de la solution pour le dosage proprement dit.

1. Bij afwezigheid van organische stof  
Filtereer de oplossing af. Pipeteer 50 ml van het filtraat in een maatkolf van 500 ml, voeg 30 ml zoutzuur (reagens 3) toe, vul met water (reagens 1) aan tot 500 ml en meng.

1. En absence de matières organiques  
Filtrer la solution. Introduire à la pipette 50 ml de filtrat dans un ballon jaugé de 500 ml, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (réactif 3), porter au volume de 500 ml avec de l'eau (réactif 1) et homogénéiser.

2. Bij aanwezigheid van organische stof  
Laat de oplossing gedurende 1 uur bezinken. Pipeteer 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een bekerglas van 300 ml. Voeg 30 ml zoutzuur (reagens 3) en 10 ml broomwater (reagens 2) toe en zwenk om. Kook in een half uur het broom uit.

2. En presence de matière organiques  
Laisser déposer la solution pendant 1 heure. Introduire à la pipette 50 ml de liquide surnageant dans un béccher de 300 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (réactif 3) et 10 ml d'eau de brome (réactif 2) et agiter. Faire bouillir pour éliminer le brome en une demi-heure.

Koel af en spoel de oplossing met water (reagens 1) over in een maatkolf van 500 ml. Vul met water (reagens 1) aan tot een volume van 500 ml, meng en filtreer.

### C. Eigenlijke bepaling

Pipetteer van de volgens B1 of B2 verkregen heldere oplossing een aliquot deel af dat ten hoogste 1 mg Na (overeenstemmend met 1,35 mg  $\text{Na}_2\text{O}$ ) mag bevatten in een maatkolf van 100 ml (bij gehalten van meer dan 20 % natriumoxide moet tevoren een passende tussenverduunning gemaakt zijn). Voeg dan 10 ml bufferoplossing (reagens 7) aan tot de streep en meng. Meet de oplossing vlamfotometrisch bij een golflengte van 589 nm. Bereken het resultaat met behulp van een ijkgrafiek.

### 7. Opstellen van de ijkgrafiek

Pipetteer 10 ml van de standaardoplossing (reagens 8) in een maatkolf van 250 ml, vul met water (reagens 1) aan tot de streep en meng. Pipetteer van deze oplossing 0-5-10-15-20 en 25 ml, overeenkomend met resp. 0-0,2-0,4-0,6-0,8 en 1,0 mg natrium in maatkolffjes van 100 ml. Voeg aan elk kolffje 10,0 ml bufferoplossing (reagens 7) toe, vul met water (reagens 1) aan tot de streep en meng. Het verloop van de ijkgrafiek dient tot een concentratie van 1,0 mg Na in 100 ml oplossing lineair te zijn.

### 8. Omerking

Indien het niet mogelijk is op de onder B2 aangegeven werkwijze een helder filtraat te verkrijgen wordt, in plaats van de werkwijze onder B2 aangegeven, 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een schaal drooggedroogd; na één uur drogen bij 140° C wordt de schaal met een dekfel gesloten, waarna gelarente 3 uren bij een temperatuur van 550° C wordt verast.

Refrroidir et transvaser quantitativement la solution dans un ballon jaugé de 500 ml avec de l'eau (réactif 1). Porter au volume de 500 ml avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

### C. Dosage proprement dit

Introduire à la pipette dans un ballon jaugé de 100 ml une quantité aliquote de solution limpide, obtenue selon B1 et B2 et contenant au maximum 1 mg de Na (correspondant à 1,35 mg de  $\text{Na}_2\text{O}$ ) (lorsque les teneurs en oxyde de sodium sont supérieures à 20 %, effectuer au préalable une dilution appropriée). Ajouter 10 ml de solution tampon réactif 7), porter au volume avec de l'eau (réactif 1) et homogénéiser. Effectuer la mesure photométrique à une longueur d'onde de 589 nm. Calculer le résultat à l'aide du graphique d'étalonnage.

### 7. Etablissement du graphique d'étalonnage.

Introduire à la pipette 10 ml de la solution étalon (réactif 8) dans un ballon jaugé de 250 ml, porter au volume avec de l'eau (réactif 1) et homogénéiser. De cette solution introduire à la pipette dans des fioles jaugées de 100 ml, 0-5-10-15-20 et 25 ml, correspondant à respectivement 0-0,2-0,4-0,6-0,8 et 1,0 mg de sodium. Ajouter dans chaque fiole 10,0 ml de solution tampon (réactif 7), porter au volume avec de l'eau (réactif 1) et homogénéiser. Le tracé du graphique d'étalonnage doit être linéaire jusqu'à la concentration de 1,0 mg de Na par 100 ml de solution.

### 8. Remarque

Si en appliquant la technique B2, on n'obtient pas un filtrat limpide, procéder comme suit : évaporer à sec dans une capsule, 50 ml de liquide surnageant. Après dessiccation pendant une heure à 140° C, couvrir la capsule d'un couvercle et calciner pendant 3 heures à la température de 550° C.

Na afkoelen wordt 30 ml zoutzuur (reagens 3) (waarmee het deksel wordt afgespoeld) in de schaal toegevoegd. Vervolgens plaatst men de schaal met inhoud, zonder deksel, gedurende 2 uur op een kokend waterbad. Daarna wordt de inhoud van de schaal met water (reagens 1) overgebracht in een maatkolf van 500 ml ; na afkoelen wordt met water (reagens 1) aangevuld, gemengd en gefiltreerd. Handel verder als onder C is aangegeven.

Après refroidissement, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (réactif 3) (utilisés pour rincer le couvercle dans la capsule. Placer la capsule avec son contenu et sans le couvercle, pendant 2 heures sur un bain-marie bouillant. Transvaser ensuite le contenu de la capsule avec de l'eau (réactif 1) dans un ballon jaugé de 500 ml; après refroidissement, porter au volume avec de l'eau (réactif 1), homogénéiser et filtrer. Poursuivre l'analyse comme décrit sous C.

Methode EML-Na-2 ; Bepaling van natriumoxide oplosbaar in water in natriumnitraat

Méthode EML-Na-2 ; Détermination de l'oxyde de sodium soluble dans l'eau dans le nitrate de sodium

1. Principe

Na het bereiden van een oplossing in water wordt een aliquot deel dat ten hoogste 20 mg Na<sub>2</sub>O bevat ingedampt tot een volume van ca. 2 ml, waarna het natrium als natriummagnesiumuranylacetaat (NaMg (UO<sub>2</sub>)<sub>3</sub> (CH<sub>3</sub>COO)<sub>9</sub>.9H<sub>2</sub>O) wordt neergeslagen.

2. Toepassingsgebied

Van toepassing voor natriumnitraat en natriumnitraat van Chili.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

Roteerapparaat, 35 à 40 omwentelingen per minuut;  
Kokend waterbad;  
filtreerkroesje met poriënwijde van 5 tot 15 micron.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water

(2) Ethanol 96 %

(3) Uranylreagens : breng in een kolf van 1000 ml achtereenvolgens 32,0 g uranylacetaat, 100,0 g magnesiumacetaat, 20,0 ml ijsazijn, 500 ml ethanol 90 % en 300 ml water. Verwarm op een kokend waterbad onder af en toe omzwenken tot alle zouten opgelost zijn. Koel af, vul met water aan tot 1000 ml en meng.  
Laat enige dagen in het donker staan; filtreer. Bewaar het filtraat afgesloten van het licht.  
Controleer voor gebruik of de oplossing nog helder is, filtreer zo nodig.

1. Principe

Une partie aliquote, contenant au maximum 20 mg de Na<sub>2</sub>O, d'une solution aqueuse est évaporée jusqu'à un volume d'environ 2 ml et le sodium est précipité sous forme de l'acétate triple de sodium, de magnésium et d'uranyle (NaMg (UO<sub>2</sub>)<sub>3</sub> (CH<sub>3</sub>COO)<sub>9</sub>.9H<sub>2</sub>O).

2. Domaine d'application

Applicable au nitrate de sodium et au nitrate de sodium du Chili.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse.

Voir Chapitre I.

4. Appareillage

Agitateur rotatif (culbuteur), 35 à 40 tours par minute ;  
bain-marie;  
creuset filtrant, ouvertures des pores de 5 à 15 microns.

5. Réactifs

(1) Eau distillée ou déminéralisée.

(2) Ethanol 96°

(3) Réactif à l'uranyle : introduire dans un ballon de 1000 ml successivement 32,0 g d'acétate d'uranyle, 100,0 g d'acétate de magnésium, 20,0 ml d'acide acétique glacial, 500 ml d'éthanol 96° et 300 ml d'eau. Chauffer sur un bain-marie bouillant en agitant de temps à autre jusqu'à dissolution complète des sels. Refroidir, porter au volume de 1000 ml avec de l'eau et mélanger.  
Maintenir quelques jours à l'obscurité; filtrer. Conserver le filtrat à l'abri de la lumière. Avant l'utilisation vérifier si la solution est encore limpide; filtrer si nécessaire.

6. Uitvoering

Breng een tot op 1 mg afgewogen hoeveelheid van ca. 2,5 g van het analysemonster in een maatkolf van 500 ml; voeg ca. 450 ml water (reagens 1) toe en laat gedurende  $\frac{1}{2}$  uur roteren in het rotterapparaat. Vul met water aan tot 500 ml (reagens 1) meng en filtreer. Pipeteer 10 ml van het filtraat in een bekeerglas van 100 ml. Damp op kokend waterbad in tot een volume van ten hoogste 2,5 ml. Koel af. Voeg 50 ml uranylreagens (reagens 3) toe. Laat gedurende tenminste 8 uren afgesloten van het licht staan. Filtreer over een bij 105° C gedroogd en gewogen kroesje. Was het neerslag in het kroesje uit met ethanol 96 % (reagens 3) tot praktisch zuur vrij (5 maal met 5 ml zijn voldoende). Veeg het kroesje aan de onderkant en buitenzijde droog. Droog vervolgens het kroesje met inhoud gedurende 30 minuten bij 100° tot 103° C. Koel af in een exsiccator en weeg.

7. Berekening

Bereken het percentage  $\text{Na}_2\text{O}$  uit de formule :

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{p \times 0,02022 \times 5}{g}$$

waarin

p = gewicht van het neerslag in mg;

g = afgewogen hoeveelheid monster in g.

6. Technique analytique

Introduire dans un ballon jaugé de 500 ml une quantité, pesée à 1 mg près, d'environ 2,5 g d'échantillon destiné à l'analyse; ajouter environ 450 ml d'eau (réactif 1) et agiter pendant une demi-heure au culbuteur. Porter au volume de 500 ml avec de l'eau (réactif 1), mélanger et filtrer. Introduire à la pipette 10 ml de filtrat dans un bécher de 100 ml. Evaporer au bain-marie bouillant jusqu'à obtention d'un volume de maximum 2,5 ml. Refroidir. Ajouter 50 ml de réactif à l'uranyle (réactif 3). Maintenir pendant au moins 8 heures à l'abri de la lumière. Filtrer sur un creuset séché à 105° C et taré. Laver le précipité dans le creuset avec de l'éthanol à 96° (réactif 3) jusqu'à ce qu'il soit pratiquement exempt d'acide (5 fois 5 ml suffisent). Essuyer l'extérieur et le dessous du creuset. Le sécher avec son contenu pendant 30 minutes à une température de 100° à 103° C. Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser.

7. Calcul

Calculer le pourcentage en  $\text{Na}_2\text{O}$  par la formule :

$$\text{Na}_2\text{O} \% = \frac{p \times 0,02022 \times 5}{g}$$

où

p = poids du précipité en mg;

g = poids de la prise d'essai en g.



HOOFDSTUK VI : DIVERSE BEPALINGEN

1ste reeks methoden : BNL-Div-1  
tot BNL-Div-4

Methode BNL-Div-1 : Bepaling van  
organische stof

1. Principe

Het analysemateriaal wordt met een oplossing van trichlooraazijnzuur behandeld. Na centrifugeren en verwijdering van de vloeistof wordt het residu gedroogd en gewogen.

Het droge residu wordt verast en de as gewogen.

Uit het verschil tussen deze twee wegingen wordt het gehalte aan organische stof berekend.

2. Toepassingsgebied

Deze methode is toepasbaar voor de stoffen voorkomende in de bijlage van de reglementering waarvoor een gehalte aan organische stof voorzien is.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

Normale laboratoriumapparatuur waaronder :

- a) elektrische droogtoef met regelbare temperatuur ;
- b) elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur ;
- c) geplooid navrij filterpapier diameter  $\pm 18,5$  cm of filterkroon, poriediameter 40-90  $\mu$ m (porositeit 2) ;
- d) centrifuge geschikt voor snelheden van tenminste 4.000 toeren per minuut en voor het centrifugeren met centrifugebuisen van ruim 50 ml inhoud.

CHAPITRE VI : DETERMINATIONS DIVERSES

1ère série de méthodes : BNL-Div-1  
à BNL-Div-4

Méthode BNL-Div-1 : Détermination des  
matières organiques

1. Principe

La matière destinée à l'analyse est traitée avec une solution d'acide trichloroacétique. Après centrifugation et élimination du liquide, le résidu est séché et pesé.

Le résidu sec est ensuite calciné et les cendres sont pesées.

La teneur en matières organiques est calculée à partir de la différence entre ces deux pesées.

2. Domaine d'application

La méthode est applicable aux marchandises figurant à l'annexe de la réglementation pour lesquelles une teneur en matières organiques est prévue.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

Voir Chapitre I.

4. Appareillage

Appareillage normal de laboratoire comprenant notamment :

- a) étuve électrique à température réglable ;
- b) four électrique à température réglable ;
- c) papier filtre plissé, diamètre  $\pm 18,5$  cm, exempt de cendres ou creusé filtrant, diamètre des pores de 40 à 90  $\mu$ m (porosité 2) ;
- d) centrifuge appropriée pour une vitesse de rotation d'au moins 4.000 tours par minute et pouvant contenir des tubes de centrifugation qui permettent de centrifuger 50 ml.

5. Reagentia

- (1) Geëntilleerd of gedemineraliseerd water.
- (2) Azijnzuurtrichloride-oplossing van 20 % v/v in water.
- (3) Azijnzuurtrichloride (vochtvrij) R.A.

6. Uitvoering

Erang in een centrifugebuis een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 1,5 g van het analysemateriaal (zie echter ook opmerking) en 50 ml van een 20 % oplossing van azijnzuurtrichloride (reagens 2). Laat een half uur staan en roer om de 10 minuten voorzichtig met een roerstaafje (roerstaafje later met zeer weinig water aanspuiten).

Centrifugeer met een snelheid van tenminste 4.000 toeren per minuut gedurende 15 minuten tot de bovenstaande vloeistof praktisch helder is.

Giet de bovenstaande vloeistof tot de laatste druppels door een filter. Breng het residu van de centrifugeerbuis met water (reagens 1) over in een platina-, porseleinen- of Ewertschaal. Wanneer de vloeistof volledig door de filter gefiltreerd is, spoel het residu van de filter met water (reagens 1) over in de schaal.

Damp in tot droog op kokend waterbad. Droog de schaal met inhoud vervolgens in een droogstoof gedurende 3 uren bij 140° C ; koel af in een desiccator en weeg snel. Veras vervolgens langzaam en voorzichtig op een gasvlam en voltooi de verassing door de platinschaal gedurende 2 uren in een koffeloven bij 550° C te plaatsen. Koel af in een desiccator en weeg weer.

Het verschil tussen de twee wegingen is de organische stof.

5. Réactifs

- (1) Eau distillée ou déminéralisée.
- (2) Solution d'acide trichloracétique à 20 % v/v dans l'eau.
- (3) Acide trichloracétique (anhydre) R.A.

6. Technique analytique

Introduire dans un tube de centrifugation une prise d'essai d'environ 1,5 g pesée à 1 mg près, (voir également la remarque) de matière destinée à l'analyse et 50 ml de solution d'acide trichloracétique à 20 % (réactif 2). Laisser reposer une demi-heure en agitant prudemment toutes les 10 minutes à la baguette (rincer ultérieurement la baguette avec très peu d'eau).

Centrifuger à une vitesse d'au moins 4.000 tours par minute durant 15 minutes jusqu'à ce que le liquide surnageant soit devenu pratiquement limpide.

Décanter le liquide surnageant jusqu'aux dernières gouttes à travers un filtre. Transférer le résidu du tube à centrifugation avec de l'eau (réactif 1) dans une capsule en platine, en porcelaine ou en quartz. Dès que le liquide surnageant a passé complètement le filtre, transférer le résidu du filtre avec de l'eau (réactif 1) dans la capsule.

Evaporer à sec dans un bain-marie bouillant. Sécher la capsule avec son contenu dans une étuve pendant 3 heures à 140° C ; laisser refroidir dans un désiccateur et peser rapidement. Calciner lentement et soigneusement sur un brûleur à gaz et achever la calcination en plaçant la capsule pendant 2 heures dans un four à souffler à 550° C. Laisser refroidir dans un désiccateur et peser à nouveau.

La différence entre les deux pesées constitue la matière organique.

**7. Berekening**

Bereken het percentage organische stof uit de formule :

$$p = 100 \times \frac{r - m}{g}$$

waarin

**g** = de afgewogen hoeveelheid analysemateriaal in grammen

**r** = het gewicht van residu + platina-schaal in grammen na drogen bij 140° C

**m** = het gewicht van as + platina-schaal in grammen na verassen bij 550° C.

Indien een voordroging werd toegepast dient de formule voor de berekening als volgt te worden aangevuld teneinde het gehalte aan organische stof in de oorspronkelijke waar te verkrijgen :

$$p = 100 \times \frac{r - m}{g} \times \frac{100 - a}{100}$$

**a** = gewichtsverlies per 100 g bij de voordroging.

**Opmerking :**

Indien het analysemonster uit vloeibare, stroepachtige of pasta-vormige produkten bestaat wordt een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van ten hoogste 25 gram (zo mogelijk overeenkomend met 1 à 2 gram droge stof) in een centrifugebuis gebracht ; vervolgens wordt 10 g vochtvrije azijnzuurtrichloride (reagens 3) toegevoegd en daarna water (reagens 1) tot een totaal volume van circa 50 ml verkregen is.

Vervolgens wordt gehandeld als bij (c) uitvoering beschreven is.

**7. Calcul**

Calculer le pourcentage en matières organiques par la formule :

$$p = 100 \times \frac{r - m}{g}$$

où

**g** = poids de la prise d'essai en grammes

**r** = poids du résidu + capsule en platine après le séchage à 140° C, en grammes

**m** = poids des cendres + capsule en platine après la calcination à 550° C, en grammes.

Lorsqu'une prédessiccation a été effectuée, compléter la formule de la façon suivante pour obtenir la teneur en matières organiques sur la matière originale :

$$p = 100 \times \frac{r - m}{g} \times \frac{100 - a}{100}$$

**a** = perte de poids par 100 g de matière lors de la prédessiccation.

**Remarque :**

Lorsque l'échantillon destiné à l'analyse est constitué par des produits liquides, sirupeux ou pâteux, une prise d'essai de maximum 25 g, pesée à 1 mg près (correspondant si possible à 1 à 2 g de matière sèche) est introduite dans un tube à centrifuger. Ajouter ensuite 10 g d'acide trichloracétique anhydre (réactif 3) et ensuite de l'eau (réactif 1) jusqu'à obtention d'un volume total de 50 ml.

Fournir comme décrit à la technique analytique (6).

Methode BNL-Div-2 : Bepaling van vocht

1. Principe

Al naargelang de aard van de waar, een bepaalde hoeveelheid van het monster, een bepaalde tijd, bij een bepaalde temperatuur, 't zij bij atmosferische, 't zij bij verminderde druk drogen. Het gewichtsverlies wordt aangemerkt als vocht. Bij eventueel ontwijken van ammoniak, zo nodig een correctie aanbrengen.

2. Toepassingsgebied

Voor de waren voorkomende in de bijlage van de reglementering.

3. Bereiding van het analysemonster

Al naargelang de aard van de waar het analysemonster bereiden volgens een der hierna beschreven methodes :

a) Algemene methode

Het monster zeven door een zeef met openingen van 1 mm; het residu fijn maken totdat het volledig door de zeef gaat. Indien kalium en/of magnesiumzouten aanwezig zijn, dient het monster aanmerkelijk fijner gemalen te worden, zo mogelijk tot de stof door de zeef van 0,5 mm kan passeren. Na deze beide bewerkingen het monster zeer zorgvuldig mengen en in een droog en hermetisch gesloten flesje bewaren. Het is nodig deze bewerkingen met de gepaste snelheid uit te voeren teneinde alle verlies of opslorping van stoffen te voorkomen.

b) Bijzonder gevallen

- 1) Voor vloeibare, stroopachtige en pastavormige produkten : het analysemonster zorgvuldig homogeen maken door roeren of schudden.
- 2) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen wordt een voordroging toegepast als volgt: een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan op een getarreerde glazen, porseleinen of metalen schaal in een dunne laag

Méthode BNL-Div-2 : Détermination de l'humidité

1. Principe

Selon la nature de la marchandise, sécher, soit sous pression atmosphérique, soit sous vide partiel, une quantité précise de l'échantillon, pendant un temps et à une température déterminés. La diminution de poids est considérée comme humidité. Apporter, si nécessaire, une correction en cas de dégagement d'ammoniac.

2. Domaine d'application

Aux marchandises figurant à l'annexe de la réglementation.

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

Selon la nature de la marchandise, préparer l'échantillon destiné à l'analyse suivant une des méthodes décrites ci-après :

a) Méthode générale

Passer l'échantillon au tamis à ouvertures de 1 mm; broyer le refus jusqu'à passage complet. En présence de sels de potassium et/ou de magnésium, l'échantillon doit être réduit en une poudre beaucoup plus fine, traversant, si possible le tamis de 0,5 mm. Après ces opérations, mélanger soigneusement l'échantillon et conserver en flacon sec et hermétique. Il importe d'effectuer ces opérations avec la diligence voulue afin d'éviter toute déperdition ou toute absorption de matières.

b) Cas particuliers

- 1) Pour les produits liquides, sirupeux et pâteux: homogénéiser soigneusement l'échantillon à l'aide d'une baguette ou par agitation.
- 2) Pour les produits humides susceptibles de perdre de l'humidité lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse, effectuer une prédessiccation de la façon suivante : étaler en couche mince dans une capsule tarée de verre, de porcelaine ou de métal, à fond plat, une quantité exactement pesée

uitspreiden, in een droogstoof op 70° C drogen tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal uit de stoof nemen en 'en paar uren aan de lucht laten afkoelen. Weegen. Stel het gewichtsverlies per 100 g op X. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode beschreven in a).

3) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen en tevens kooldioxide kunnen opnemen, de voordroging als volgt uitvoeren: een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan in een dunne laag op een getarreerde glazen, metalen of porceleinen schaal uitspreiden. In een exsiccator plaatsen met toepassing van vast natriumhydroxide als droogmiddel tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal met de stof uit de exsiccator nemen en weegen. Stel het gewichtsverlies per 100 g stof op X. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode beschreven in a).

4) De hygroscopische produkten als natriumnitrat worden niet gemalen, maar zorgvuldig gemengd.

d'environ 100 g ou un multiple de cette quantité, de l'échantillon bien mélangé et sécher dans une étuve réglée à 70° C jusqu'à élimination de la majeure partie de l'humidité. Retirer la capsule de l'étuve et laisser refroidir à l'air pendant environ deux heures. Peser. Soit X la perte de poids par 100 g de l'échantillon. Préparer le résidu séché selon la méthode générale décrite sous a).

3) Pour les produits humides, susceptibles de perdre de l'humidité et en même temps de se carbonater lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse, effectuer la prédessiccation de la façon suivante : étaler en couche mince dans une capsule tarée de verre, de porcelaine ou de métal, une quantité exactement pesée d'environ 100 g de l'échantillon bien mélangé, ou un multiple de cette quantité. Placer la capsule dans un exsiccateur en présence d'hydroxyde de sodium en pailettes comme substance dessiccante jusqu'à élimination de la majeure partie de l'humidité. Retirer la capsule de l'exsiccateur et peser. Soit X la perte de poids par 100 g de substance. Préparer le résidu séché selon la méthode générale décrite sous a).

4) Les produits hygroscopiques tels que le nitrate de sodium ne sont pas moulus, mais soigneusement mélangés.

4. Apparatuur

- Laboratoriumolens
- Regelbare elektrische stoof met ventilatie.
- Waterbad
- Regelbare vacuümstoof
- Regelbare vochtsjes van voldoende diameter met bijpassens deksel.
- Exsiccator voorzien van een geschildt droogmiddel (b.v. blauw silicagel).
- Glazen staafjes van zodanige lengte dat ze schuin in het gesloten vocht-dooze kunnen geplaatst worden.

4. Appareillage

- Broyeurs de laboratoire.
- Etuve électrique réglable, pourvue de ventilation.
- Bain-marie
- Etuve à vide réglable
- Pèse-filtres de diamètre approprié à couvercles adaptés.
- Dessiccateur contenant une substance dessiccante appropriée (p.c. gel de silice bleu).
- Baguettes de verre d'une longueur suffisante pour être placées en oblique dans le pèse-filtre fermé.

5. Hulpmiddelen

- 1) Het zoutzuur voorbehandeld gegloeid zand.
- 2) Posforanhydride of een ander geschikt droogmiddel.
- 3) Vast natriumhydroxide in schilferven.

6. Uitvoeringen

Maargelang de aard van de waar het monster drogen volgens een der hierna beschreven methodes :

a) Algemene methode

Weeg tot op bij nauwkeurig 5 g van het bereid monster in een getarreerd vochtdoosje.  
Plaats dit geopend met het dekseltje er naast in de elektrische droogstoof bij 97° - 103° C. Plaats na 4 uren drogen, het vochtdoosje, gesloten, in een exsiccator, laat afkoelen en weeg.

b) Bijzondere gevallen1) Voor vloeibare produkten

Plaats een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 25 g van het bereid monster in een getarreerd droogdoosje van aangepaste grootte; damp droog op het waterbad en handel vervolgens zoals aangeduid in de algemene methode (6.a.-tweede alinea).

2) Voor pastavormige en stroonachtige produkten

Plaats circa 5 g gegloeid zand in een droogdoosje van voldoende diameter. Weeg dit droogdoosje samen met het zand en een glazen mengstaafje schuin geplaatst in het gesloten doosje. Stel dit gewicht op A.

Weeg op 1 mg nauwkeurig circa 5 g van het bereid monster in het droogdoosje en meng dit, bij door middel van het staafje, met het zand. Volg daarna aangeduid in de algemene methode (6.a.-tweede alinea).

5. Substances auxiliaires

- 1) Sable traité à l'acide chlorhydrique et calciné.
- 2) Anhydride phosphorique ou une autre substance dessiccante appropriée.
- 3) Hydroxyde de sodium en paillettes

6. Techniques analytiques

Selon la nature de la marchandise, sécher la prise d'essai suivant une des méthodes décrites ci-après :

a) Méthode générale

Peser, à 1 mg près, 5 g de l'échantillon préparé dans un pèse-filtre taré. Placer le pèse-filtre ouvert, à côté de son couvercle, dans l'étuve électrique réglée à 97°-103° C. Après 4 heures de séchage, placer le pèse-filtre fermé dans un exsiccateur, laisser refroidir et peser.

b) Cas particuliers1) Pour les produits humides

Placer une quantité exactement pesée d'environ 25 g de l'échantillon préparé dans un pèse-filtre taré, de dimension adéquate; évaporer à sec au bain-marie et poursuivre comme indiqué dans la méthode générale (6.a.-deuxième alinéa).

2) Pour des produits à consistance pâteuse ou sirupeuse

Introduire environ 5 g de sable calciné dans un pèse-filtre de diamètre suffisant. Peser le pèse-filtre avec le sable et une baguette placée obliquement dans le pèse-filtre fermé. Soit A ce poids.  
Peser, à 1 mg près, environ 5g de l'échantillon préparé et mélanger avec le sable, à l'aide de la baguette. Poursuivre comme indiqué dans la méthode générale (6.a.-deuxième alinéa).

3) Voor neergeslagen dicalciumfosfaat en superfosfaat

Weeg op 1 mg nauwkeurig circa 2 g van het bereid monster in een getarceerd droogdoosje van ongeveer 7 cm diameter. Plaats het droogdoosje geopend in een vacuümtoef bij 50°C, naast een plat recipient bevattende een hoeveelheid fosforzuuranhydride of een ander geschikt droogmiddel (hulpstof 2), voldoende om het vrijkomend water vast te leggen. Verminder de druk tot ten hoogste 20 cm kwik. Plaats na 2 uren drogen het vochtdoosje, gesloten, in een exsiccator, laat afkoelen en weeg.

4) Voor calciumsulfate

Van deze waar dient ongeveer 5 g op 1mg nauwkeurig afgewogen, gedurende 4 uur gedroogd te worden bij 230° C. Bij deze werkwijze wordt al het kristalwater medebepaald.

5) Voor kaliumnitraat, natriumnitraat, ammoniumsulfate, ontlijmd beendermeel, zacht natuurfosfaat, magnesiumsulfate, kieseriet.

Van deze waren dient ongeveer 5 g op 1 mg nauwkeurig afgewogen, gedurende 2 uur op 140° C gedroogd te worden. Bij deze werkwijze blijft bij kieseriet en magnesiumsulfate nog 1 molecule kristalwater over.

6) Voor ammoniaknitraat (kalkammonsalpeter), ammoniakulfonitraat, ureum en samengestelde meststoffen

Van deze waren wordt ongeveer 5 g, op 1 mg nauwkeurig afgewogen, gedurende 4 uur op 80° C boven calciumoxide in een vacuum van ten hoogste 10 cm kwikrostdruk gedroogd.

7) Voor stoffen die tijdens het drogen ammoniak kunnen verliezen (zoals b.v. diammoniumfosfaat), brengt men een correctie toe door het ammoniumstikstofverlies, omgerekend in NH<sub>3</sub>, af te trekken van het gewichtsverlies, volgens de formule :

3) Pour le phosphate bicalcique précipité et pour le superphosphate

Peser, à 1 mg près, environ 2 g de l'échantillon préparé dans un pèse-filtre taré d'un diamètre d'environ 7 cm. Placer le pèse-filtre ouvert dans une étuve à vide, réglée à 50° C, à côté d'un autre récipient plat, contenant une quantité d'anhydride phosphorique ou une autre substance dessiccante appropriée (substance auxiliaire 2) suffisante pour fixer l'humidité dégagée. Réduire la pression à 20 cm de mercure maximum. Placer, après deux heures de séchage, le pèse-filtre fermé dans un exsiccateur, laisser refroidir et peser.

4) Pour le sulfate de calcium

Pour cette marchandise, peser environ 5 g à 1 mg près et sécher pendant 4 heures à 230° C. Par ce procédé l'eau de cristallisation reste incluse dans le résultat.

5) Pour le nitrate de potasse, le nitrate de soude, le sulfate d'ammoniac, la poudre d'os ségelatinés, le phosphate naturel tendre, le sulfate de magnésium, la kieserite.

De ces marchandises, peser environ 5 g à 1 mg près et sécher pendant 2 heures à 140° C. Par ce procédé la kieserite et le sulfate de magnésium renferment encore 1 molécule d'eau de cristallisation après séchage.

6) Pour le nitrate d'ammoniac, le sulfonitrate d'ammoniac, l'urée et les engrais composés

De ces marchandises, peser environ 5 g, à 1 mg près, et sécher pendant 4 heures à 80° C sous vide de 10 cm de mercure maximum en présence d'oxyde de calcium.

7) Pour les substances susceptibles de dégager de l'ammoniac lors du séchage (telles que le phosphate ammoniacal), apporter une correction en déduisant la perte en azote ammoniacal, calculé comme NH<sub>3</sub>, de la perte de poids, conformément à la formule :

$$p = H - \left[ \frac{a-b(100-H)}{100} \right]$$

- $p = \%$  vocht  
 $H = \%$  gewichtsverlies bij droging  
 $a = \%$  ammoniakale stikstof aanwezig in het oorspronkelijk produkt omgerekend in  $\text{NH}_3$  ( $N \times 1,216$ )  
 $b = \%$  ammoniakale stikstof, omgerekend in  $\text{NH}_3$ , aanwezig in de droogrest

$$p = H - \left[ \frac{a-b(100-H)}{100} \right]$$

- $p = \%$  d'humidité  
 $H = \%$  perte de poids au séchage  
 $a = \%$  d'azote ammoniacal présent dans le produit original, calculé comme  $\text{NH}_3$  ( $N \times 1,216$ )  
 $b = \%$  d'azote ammoniacal présent dans le résidu de séchage et calculé comme  $\text{NH}_3$

7. Opmerking

Bij gekristalliseerde produkten kan het gehalte aan vocht een deel van het kristalwater insluiten. In 't algemeen kan dit nagegaan worden door toepassing van de methode op een pro-analyse produkt.

7. Remarque

Pour les produits cristallisés, la teneur en humidité peut comprendre une partie de l'eau de cristallisation. En général, ceci peut être contrôlé en appliquant la méthode sur un produit pro analyse.

8. Uitdrukking van het resultaata) In geval van rechtstreekse droging

$$p = \frac{100 (A - B)}{g}$$

- $p = \%$  vocht ;  
 $A =$  gewicht van het vochtdoosje met inhoud vóór de droging;  
 $B =$  gewicht van het vochtdoosje met inhoud na de droging;  
 $g =$  afgewogen hoeveelheid van het monster, uitgedrukt in gram.

8. Expression du résultata) Sans prédessiccation

$$p = \frac{100 (A - B)}{g}$$

- $p = \%$  d'humidité;  
 $A =$  poids du pèse-filtre et de son contenu avant le déchage;  
 $B =$  poids du pèse-filtre et de son contenu après le séchage;  
 $g =$  quantité prélevée de l'échantillon, exprimée en grammes.

b) In geval van voordroging

$$p' = x + p \frac{(100 - x)}{100}$$

- $p' = \%$  vocht (totaal vocht van het monster);  
 $x = \%$  gewichtsverlies bij de voordroging ;  
 $p = \%$  resterend vocht in het residu van de voordroging.

b) Avec prédessiccation

$$p' = x + p \frac{(100 - x)}{100}$$

- $p' = \%$  d'humidité (humidité totale de l'échantillon);  
 $x = \%$  perte de poids lors de la prédessiccation ;  
 $p = \%$  d'humidité du produit pré-désséché.



**Methode BNL-Div-3** : Bepaling van de fijnheid in de produkten, waarvoor geen E.E.G.-methode is vastgesteld of van de korrelgrootte

**Méthode BNL-Div-3** : Détermination de la finesse pour les types de produits pour lesquels aucune méthode C.E.E. n'a été prévue ou du calibre

1. Principe

Een afgewogen hoeveelheid van de waar op de voorgeschreven zeef (zeven) zeven tot praktisch geen stof meer passeert.

1. Principe

Tamiser à l'aide du (des) tamis prescrit (s) une prise d'essai de la matière jusqu'à ce qu'il ne passe pratiquement plus rien.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren voorkomende in de bijlage van de reglementering waarvoor de bepaling van de fijnheid of de korrelgrootte voorzien is, met uitsluiting van de waren waarop de E.E.G.-methoden 7.1 en 7.2 van toepassing zijn.

2. Domaine d'application

Applicable à toutes les marchandises figurant à l'annexe de la réglementation et pour lesquelles la détermination de la finesse ou du calibre est prévue, à l'exclusion des marchandises auxquelles les méthodes C.E.E. 7.1 et 7.2 sont applicables.

3. Bereiding van het monster bestemd voor de bepaling van de fijnheid of de korrelgrootte.

Het gehele monster (minstens 500 g) wordt goed gemengd. Volgens de methode der kwartieren of met een mechanische verdeler (zie hoofdstuk I 4.2.) wordt hiervan de nodige hoeveelheid genomen die in een droog en hermetisch gesloten recipiënt wordt bewaard.

3. Préparation de l'échantillon destiné à la détermination de la finesse ou du calibre.

L'échantillon entier (au moins 500 g) est mélangé intimement. Selon la méthode des quartiers ou à l'aide d'un diviseur mécanique (voir chapitre I 4.2.) on préleve la quantité nécessaire qui est conservée dans un récipient sec et hermétique.

4. Apparatuur

1. Schud- of trilzeeftoestel

2. Ronde zeven van ongeveer 20 cm diameter met opstaande rand van 5 cm en met de volgens de reglementering voorgeschreven openingen (vierkante mazen van x mm zijde tussen de draden wanneer x kleiner is dan 1 mm of ronde openingen van x mm diameter wanneer x gelijk is aan 1 mm of groter is dan 1 mm).

4. Appareillage

1. Appareil à tamiser à vibrations ou à secousses.

2. Tamis circulaires d'un diamètre d'environ 20 cm, à bord de 5 cm et à ouvertures telles qu'elles sont inscrites dans la réglementation (mailles carrées de x mm de côté entre les fils lorsque x est inférieur à 1 mm, ou trous circulaires de x mm de diamètre lorsque x est égal ou supérieur à 1 mm).

5. Uitvoering

De zeven en de bodem zodanig op het zeeftoestel plaatsen dat de zeven met de grootste openingen bovenaan zitten. Een representatief deel van circa 50g van het monster (tussen 45 en 55 g), mogelijk verkregen volgens de methode der kwartieren of met een mechanische verdeler, op de bovenste zeef plaatsen (zie opmerking 2). Bij de bepaling van de fijnheid gedurende 10 minuten en bij de bepaling van de korrelgrootte van gekorrelde meststoffen gedurende 1 minuut zeven en het gedeelte dat zich op de bodem bevindt verwijderen.

5. Technique

Placer les tamis et le fond sur l'appareil à tamiser, les tamis à plus grandes ouvertures étant placés au dessus. Placer une partie représentative d'environ 50 g (entre 45 et 55 g) de l'échantillon, obtenu dans la mesure du possible par la méthode des quartiers ou au moyen d'un diviseur mécanique sur le tamis supérieur (voir remarque 2). Tamiser pour la détermination de la finesse pendant 10 minutes et pour la détermination du calibre des engrais granulés pendant 1 minute et verser la fraction recueillie sur le fond.

Het toestel daarna gedurende 1 minuut laten trillen (schudden). Pas-  
sart gedurende die tijd meer dan  
250 mg de zeven, dan dient de bewer-  
king herhaald te worden (telkens 1  
minuut). Afzonderlijk de zeefresten  
van de zeven afwegen.

Het zeven mag niet langer voortgezet  
worden dan voornamelijk om te vermijden  
dat deeltjes door schuren over de  
zeven zouden verfrind worden.

Indien de openingen van de onderste  
zeef kleiner zijn dan 0,2 mm moet  
na 10 minuten zeven de onderzijde  
van de zeef afgeborsteld worden.

#### 6. Uitdrukking van het resultaat

a) Fijnheid % op de zeef met  
grootste opening =  
$$\frac{(P - P_1) \times 100}{P}$$

b) Fijnheid % op de zeef met kleinere  
openingen =  
$$\frac{(P - P_1 - P_2) \times 100}{P}$$

c) Percentage korrels met een  
maat tussen a en b mm =  
$$P_2 \times \frac{100}{P}$$

waarvan P = afgewogen gewicht

$P_1$  = gewicht van de zeefrest  
van de zeef met de groot-  
ste openingen

$P_2$  = gewicht van de zeefrest  
van de zeef met kleinere  
openingen.

#### Opmerkingen

1. Bij gebruik van zeven met open-  
ingen van meer dan 10 mm, zal de  
diameter van de zeef 35 cm en de  
opstaande rand 5 cm bedragen. Het  
zeven dient dan met de hand te ge-  
schieden gedurende 30 seconden.  
Daarna brengt men de zeef met de  
stof in schuine stand en brengt  
door tikken tegen de opstaande  
wand de stof naar een kant.

Remettre l'appareil en marche pendant  
une minute. Si pendant ce temps il  
passe plus de 250 mg au tamis, répéter  
l'opération (chaque fois une minute).  
Penser séparément les refus sur les  
tamis.

Le tamisage ne doit pas être prolongé  
plus longtemps que prévu afin d'éviter  
que des particules ne s'amenuisent par  
frottement sur les tamis.  
Lorsque le tamis inférieur possède des  
mailles de dimension inférieure à 0,2 mm,  
le dessous du tamis doit être brossé  
après le tamisage de 10 minutes.

#### 6. Expression du résultat

a) % de finesse au tamis à ouvertures  
les plus grandes =  
$$\frac{(P - P_1) \times 100}{P}$$

b) % de finesse au tamis à ouvertures plus  
petites =  
$$\frac{(P - P_1 - P_2) \times 100}{P}$$

c) Pourocentage de granules de  
dimension entre a et b mm =  
$$P_2 \times \frac{100}{P}$$

dont P = poids de la prise d'essai

$P_1$  = poids de refus au tamis  
à ouvertures les plus  
grandes

$P_2$  = poids du refus au tamis à  
ouvertures plus petites.

#### Remarques

1. Pour l'utilisation de tamis à ouver-  
tures supérieures à 10 mm, le dia-  
mètre du tamis doit être de 35 cm  
et son bord de 5 cm. Le tamisage  
doit alors être effectué à la main  
pendant 30 secondes. Tenir ensuite  
le tamis avec la substance en posi-  
tion inclinée et amener la substance  
sur le bord inférieur en donnant de  
petites secousses à la main.

Vervolgens wordt de stof op dezelfde wijze zodanig naar de tegenovergestelde kant gebracht, dat de zeefrest het middenvlak passeert.

Ramener ensuite la substance de la même façon du bord opposé de sorte que le refus passe par le centre.

2. Wanneer het monster grove delen bevat, zodat het niet mogelijk is hiervan een representatief deel van circa 50 g af te zonderen wordt het gehele monster met de hand geseefd over een zeef met openingen van bij voorbeeld 5 mm diameter. De grove delen worden afgezonderd en gewogen en de resultaten van de verdere analyse worden vermenigvuldigd met de factor  $\frac{p-q}{p}$

waarin p = het gewicht van het gehele monster ;

q = het gewicht van de grove delen.

2. Lorsque l'échantillon renferme des parties grossières telles qu'il n'est pas possible d'en séparer une partie représentative d'environ 50 g, tamiser l'échantillon entier à la main à travers un tamis à ouvertures d'un diamètre, par exemple de 5 mm. Les particules grossières sont séparées et pesées et les résultats de l'analyse ultérieure sont multipliés par le facteur  $\frac{p-q}{p}$

dont p = poids de l'échantillon entier ;

q = poids de la fraction à particules grossières.

Methode DMJ-Div-4 : Bepaling van kooldioxide

Méthode DMJ-Div-4 : Détermination du dioxyde de carbone

1. Principe

Het volume kooldioxide-gas, ontwikkeld door de reactie van zoutzuur met carbonaten aanwezig in de waar, wordt vergeleken met dat, verkregen onder dezelfde omstandigheden, uit een bekende hoeveelheid calcium-carbonaat p.a.

1. Principe

Le volume de gaz carbonique, libéré par la réaction de l'acide chlorhydrique sur les carbonates présents dans la marchandise, est comparé au volume de gaz carbonique obtenu, dans les mêmes conditions, en partant d'une quantité connue de carbonate de calcium p.a.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren die calcium en/of magnesiumcarbonaten bevatten.

2. Domaine d'application

A toutes les marchandises contenant des carbonates de calcium et/ou de magnésium.

3. Bereiding van het analysemonster

Naagelang de aard van de waar het analysemonster bereiden volgens een der hierna beschreven methoden:

3. Préparation de l'échantillon destiné à l'analyse.

D'après la nature de la marchandise, préparer l'échantillon destiné à l'analyse selon une des méthodes décrites ci-après:

a) Algemene methode

Het monster zeven door een zeef met openingen van 1 mm; het residu fijn maken totdat het volledig door de zeef gaat. Indien kalium en/of magnesiumzouten aanwezig zijn, dient het monster aanmerkelijk fijner gemalen te worden, zo mogelijk tot de stof de zeef van 0,5 mm kan passeren. Na deze beide bewerkingen het monster zeer zorgvuldig mengen en in een droog hermetisch gesloten flesje bewaren.

a) Méthode générale

Passer l'échantillon au tamis à ouvertures de 1 mm; broyer le refus jusqu'à passage complet. En présence de sels de potassium et/ou de magnésium, l'échantillon doit être réduit en une poudre beaucoup plus fine, passant si possible au tamis de 0,5 mm. Après ces opérations, mélanger soigneusement l'échantillon et le conserver dans un flacon sec et hermétique. Il importe d'effectuer ces opérations avec la diligence voulue afin d'éviter toute déperdition ou toute absorption de matières.

Het is nodig deze bewerkingen met de gepaste snelheid uit te voeren ten einde alle verlies of opslorping van stoffen te voorkomen.

b) Bijzondere gevallen

(1) Voor vloeibare, stroopachtige en pastavormige produkten : het analysemonster zorgvuldig homogeen maken door roeren of schudden.

b) Cas particuliers

(1) Pour les produits liquides, sirupeux et pâteux: homogénéiser soigneusement l'échantillon à l'aide d'une baguette ou par agitation.

(2) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen wordt een voordroging toegepast als volgt:

(2) Pour les produits humides, susceptibles de perdre de l'humidité lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse effectuer une dessiccation de la façon suivante :

een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan op een getarceerde glazen, porseleinen of metalen schaal in een dunne laag uitspreiden, in een droogstoof op 70° C drogen tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal uit de stoof nemen en een paar uren aan de lucht laten afkoelen. Wegen. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode beschreven in a).

(3) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen en tevens kooldioxide kunnen opnemen, de voordroging als volgt uitvoeren :

een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan in een dunne laag op een getarceerde glazen, metalen of porseleinen schaal uitspreiden. In een exsiccator plaatsen met toepassing van vast natriumhydroxide als droogmiddel tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal met de stof uit de exsiccator nemen en wegen. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode, beschreven in a).

(4) De hygroscopische produkten worden niet gemalen.

#### 4. Apparatuur

Toestel volgens Scheibler-Dietrich (zie schets) of een gelijkwaardig toestel.

#### 5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxide;

(2) Zoutzuur d = 1,10

(3) Calciumcarbonaat p.a. ;

étaler en une couche mince dans une capsule tarée à fond plat de verre, de porcelaine ou de métal, une quantité exactement pesée d'environ 100 g ou un multiple de cette quantité, de l'échantillon bien mélangé et sécher dans une étuve réglée à 70° C jusqu'à élimination de la majeure partie de l'humidité. Retirer la capsule de l'étuve et laisser refroidir à l'air pendant environ deux heures. Peser. Préparer le résidu séché selon la méthode générale décrite sous a).

(3) Pour les produits humides susceptibles de perdre de l'humidité et en même temps de se carbonater lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse, effectuer la prédessiccation de la façon suivante :

étaler en une couche mince dans une capsule tarée de verre, de porcelaine ou de métal une quantité exactement pesée d'environ 100 g de l'échantillon bien mélangé, ou un multiple de cette quantité et placer la capsule dans un exsiccateur en présence d'hydroxyde de sodium en paillettes comme substance dessiccante jusqu'à élimination de la majeure partie de l'humidité.

Retirer la capsule de l'exsiccateur et peser. Préparer le résidu séché selon la méthode générale décrite sous a).

(4) Les produits hygroscopiques ne sont pas moulus.

#### 4. Appareillage

Appareil selon Scheibler-Dietrich (voir figure) ou un appareil équivalent.

#### 5. Réactifs

(1) Eau distillée ou déminéralisée, exempte de dioxyde de carbone;

(2) Acide chlorhydrique d = 1,10

(3) Carbonate de calcium p.a. ;

(4) Zwavelzuur circa 0,1 n gekleurd met methyloordoplossing (reagens 5);

(4) Acide sulfurique environ 0,1 n coloré au rouge de méthyle (réactif 5);

(5) Methyloordoplossing : 0,1 g methylrood oplossen in 50 ml ethanol 95 % en aanlengen met water tot 100 ml.

(5) Solution de rouge de méthyle : dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol 95 % et compléter à 100 ml avec de l'eau.

6. Mitvoering bij toepassing van het toestel volgens Scheibler-Dietrich.

Een hoeveelheid analysemateriaal afwegen in verhouding tot het gehalte aan gebonden kooldioxide :

0,5 g voor waren met meer dan 22% CO<sub>2</sub>;

1g voor waren met 5 tot 22 % CO<sub>2</sub>;

2,5 g voor waren met minder dan 5 % CO<sub>2</sub>.

6. Technique analytique pour l'appareil selon Scheibler-Dietrich.

Peser une quantité de l'échantillon en rapport avec la teneur en dioxyde de carbone :

0,5 g pour des marchandises contenant plus de 22 % de CO<sub>2</sub>;

1g pour des marchandises contenant de 5 à 22 % de CO<sub>2</sub>;

2,5 g pour des marchandises contenant moins de 5 % de CO<sub>2</sub>.

In de reaktiefles (4) de afgewogen hoeveelheid analysemateriaal brengen en het buisje (6), voorzien van 10 ml zoutzuur (reagens 2), er voorzichtig in plaatsen. De driewegkraan (5) in de richting meetbuis (1) - buitenlucht draaien. Door de beweegbare buis (2) op of naar bewegen het peil van de vloeistof (reagens 4) op de stand nul brengen. De driewegkraan in de richting buis (3) - buitenlucht draaien en de reaktiefles (4) verbinden met het toestel. Nu de driewegkraan in de richting reaktieflesmeetbuis draaien en controleren of het peil der vloeistof zich nog op stand nul bevindt. Vervolgens voorzichtig het zoutzuur (reagens 2) op de stof laten vloeien door de reaktiefles te kantelen. Tijdens de ontwikkeling van het kooldioxide, met behulp van de beweegbare buis (2) steeds het peil van de vloeistof in de buizen (1) en (2) op gelijke hoogte houden. De reaktiefles schudden tot volledige vrijmaking van het kooldioxide. Wanneer het gasvolume constant blijft, nog vijf minuten wachten en dan het gasvolume aflezen na vooraf het peil der vloeistof in buizen (1) en (2) op precies gelijke hoogte gebracht te hebben.

Placer la prise d'essai dans le flacon à réaction (4) et y introduire prudemment l'éprouvette (6), contenant 10ml d'acide chlorhydrique (réactif 2). Tourner le robinet à trois voies (5) dans le sens tube gradué (1) - air libre. Etablir le niveau du liquide (réactif 4) à la graduation zéro en soulevant ou abaissant le tube mobile (2). Tourner le robinet à trois voies dans le sens tube (3) -air libre et raccorder le flacon à réaction (4) à l'appareil. Tourner, à présent, le robinet à trois voies dans le sens flacon à réaction-tube gradué et vérifier si le niveau du liquide se trouve encore à la graduation zéro. Laisser couler ensuite prudemment l'acide chlorhydrique (réactif 2) sur la substance en inclinant le flacon à réaction. Pendant le dégagement du dioxyde de carbone, maintenir constamment, à l'aide du tube mobile (2), les niveaux du liquide dans les tubes (1) et (2) à la même hauteur. Agiter le flacon à réaction jusqu'à dégagement complet du dioxyde de carbone. Lorsque le volume du gaz s'est stabilisé, attendre cinq minutes et effectuer la lecture du volume après avoir usagé préalablement le niveau du liquide des tubes (1) et (2) exactement à la même hauteur.

Het voorschrift onder dezelfde omstandigheden - (temperatuur en druk) uitvoeren met 0,5 g calciumcarbonaat p.a. (reagens 3).

Effectuer dans les mêmes conditions (température et pression) un essai de référence avec 0,5 g de carbonate de calcium p.a. (réactif 3).

Opmerkingen :

Remarques :

a) Wanneer men de bepaling uitvoert op 2,5 g stof, moet men deze in de reactiefles eerst vermengen met 15 ml gedestilleerd water (reagens 1). Ook voor de bepaling met calciumcarbonaat p.a. zal men dan 15 ml water toevoegen.

a) Lorsque le dosage est effectué sur 2,5 g de matière, la prise d'essai sera mélangée préalablement avec 15 ml d'eau distillée (réactif 1) dans le flacon à réaction. Les 15 ml d'eau seront alors également ajoutés pour le dosage avec le carbonate de calcium p.a.

b) Indien men een toestel gebruikt met een meetbuis van een ander volume, dient men de afgevoegen hoeveelheden van het analyse materiaal en van het calciumcarbonaat p.a. aan te passen, en dienovereenkomstig ook de berekeningen.

b) Lorsqu'on utilise un appareil avec un tube gradué de volume différent, il y a lieu d'adapter les prises d'essai de l'échantillon et du carbonate de calcium p.a. et par conséquent également les calculs.

7. Berekening van het resultaat

7. Expression du résultat

1) Gehalte aan CO<sub>2</sub> in het ingewogen analysemateriaal = C

1) Teneur en CO<sub>2</sub> de la prise d'essai = C

$$C = \frac{50 \cdot V}{2,274 \cdot T \cdot P}$$

$$C = \frac{50 \cdot V}{2,274 \cdot T \cdot P}$$

V = volume kooldioxidegas, uitgedrukt in milliliters, ontwikkeld uit P gram analysemateriaal ;

V = volume de dioxyde de carbone, exprimé en millilitres, dégagé par P grammes de prise d'essai ;

T = volume kooldioxidegas, uitgedrukt in milliliters, ontwikkeld uit 0,5 g CaCO<sub>3</sub> p.a. onder dezelfde omstandigheden ;

T = volume de dioxyde de carbone, exprimé en millilitres, dégagé de 0,5 g de carbonate de calcium p.a. dans les mêmes conditions ;

P = hoeveelheid ingewogen analysemateriaal, uitgedrukt in gram.

P = poids de la prise d'essai, exprimé en grammes.

2) Gehalte aan CO<sub>2</sub> in de oorspronkelijke stof = C<sub>1</sub>

2) Teneur en CO<sub>2</sub> de la matière initiale = C<sub>1</sub>

Bij voordroging, het gehalte aan kooldioxide in de stof als zodanig als volgt berekenen :

Lorsqu'une prédessiccation a été effectuée, calculer la teneur en dioxyde de carbone présente dans la matière telle quelle comme suit :

$$C_1 = \frac{C \times (100 - V_1)}{100}$$

$V_1$  = % gewichtsverlies bij de voordroging.

$$C_1 = \frac{C \times (100 - V_1)}{100}$$

$V_1$  = pourcentage de la perte de poids lors de la prédessication.

3) Gehalte aan  $CO_2$  in de droge stof =  $C_2$

a) indien men werkt met de stof als zodanig :

$$C_2 = \frac{C \times 100}{100 - V_2}$$

$V_2$  = % vocht van het monster

b) Bij voordroging :

$$C_2 = \frac{C \times 100}{100 - V_3}$$

$V_3$  = % resterend vocht in de voordroogde waar.

3) Teneur en  $CO_2$  de la matière sèche =  $C_2$

a) lorsque le dosage est effectué sur la matière telle quelle :

$$C_2 = \frac{C \times 100}{100 - V_2}$$

$V_2$  = pourcentage d'humidité de l'échantillon.

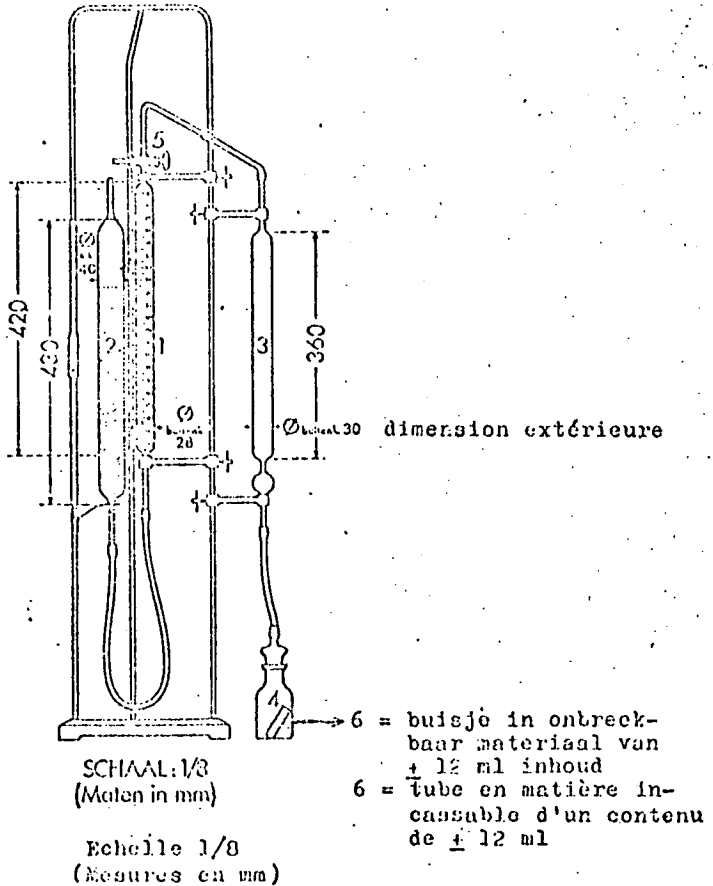
b) en cas de prédessication :

$$C_2 = \frac{C \times 100}{100 - V_3}$$

$V_3$  = pourcentage d'humidité résiduelle de la matière prédesséchée.



APPAREILLAGE SELON SCHEIBLER-DIETRICH  
POUR LA DETERMINATION DU CO<sub>2</sub>  
TOESTEL NAAR SCHEIBLER-DIETRICH VOOR  
BEPALING VAN CO<sub>2</sub>



2de reeks methoden : Onderzoek van veen, turfstrooisel en tuinturf

2ème série de méthodes : Analyse de la terre de tourbières, litière de tourbe et tourbe horticoles

Methode BHL-Div-5-a : Bepaling van vocht van veen, turfstrooisel en tuinturf

Méthode BHL-Div-5-a : Détermination de l'humidité dans la terre de tourbières, la litière de tourbe et la tourbe horticole

De methoden A in één trap of B in twee trappen mogen naar keuze gebruikt worden :

Les méthodes A, détermination en une phase ou B, en deux phases, peuvent être utilisées au choix :

1. Bepaling in een trap

1. Détermination en une phase

Principe

Principe

Het gewichtsverlies verkregen door het drogen van de stof bij 100° C ± 3°, wordt aangemerkt als vocht.

La perte de poids obtenue par séchage de la matière à 100° C ± 3° est considérée comme humidité.

Analysemateriaal

Echantillon destiné à l'analyse

Een hoeveelheid monster van tenminste 300 ml, indien nodig verkruid, wordt goed gemengd en bewaard in een hermetisch gesloten verpakking.

Une quantité d'au moins 300 ml de l'échantillon, émietté si nécessaire, est bien mélangée et conservée dans un emballage hermétique.

Apparatuur

Appareillage

Een droogstoof met automatische temperatuurregeling en met temperatuurmeeinrichting, een goede luchtcirculatie en afvoer van waterdamp.

Étuve à réglage de température automatique avec un dispositif de mesure de température et pourvue d'une bonne circulation d'air et d'une évacuation aisée de la vapeur.

Schalen in roestvrij materiaal met een diameter van 50-100 mm.

Capsules en matériau inoxydable d'un diamètre de 50-100 mm.

Uitvoering

Technique analytique

Weeg bij turfstrooisel ca 10g, bij alle andere veensoorten minstens 25 g stof af in een getarreedde schaal.

Peser, pour la litière de tourbe, environ 10 g et pour les autres espèces de tourbe au moins 25 g de matière dans une capsule tarée.

Plaats deze in een droogstoof bij 100° C ± 3° gedurende ten minste 15 en ten hoogste 24 uur.

La placer dans une étuve réglée à 100° C ± 3° pendant 15h au moins et 24 h au plus.

Weeg terug na afkoeling in een exsiccator. Alle wegingen op 0,02g nauwkeurig uitvoeren.

Peser après refroidissement dans un dessiccateur. Effectuer toutes les pesées avec une précision de 0,02 g.

Berekening

Calcul

Het vochtgehalte  $V_t$  in percent wordt als volgt berekend :

La teneur en humidité  $V_t$  exprimée en pourcentage est calculée comme suit :

$$V_t = \frac{a - b}{a} \cdot 100$$

$$V_t = \frac{a - b}{a} \cdot 100$$

waarin  $n$  = aantal grammen ingewogen stof;

$b$  = aantal grammen teruggewogen droge stof.

où  $a$  = nombre de grammes de la prise d'essai;

$b$  = nombre de grammes de la prise après dessiccation.

Opmerking

Het resultaat moet op 0,1 percent worden afgerond.

Remarque

Le résultat doit être arrondi à 0,1 pourcent.

2. Bepaling in twee trappen

Principe

Het monster wordt eerst bij 40-45° C gedroogd tot z.g. "luchtdroog". Vervolgens wordt een deel verder gedroogd bij 100° C  $\pm$  3°.

Apparatuur

Een droogstoof als voren.

Platte rechthoekige schalen van aluminiumblik, lengte  $\pm$  35 cm, breedte  $\pm$  25 cm en hoogte  $\pm$  5 cm.

Glazen of metalen weegdoosjes.

Uitvoering

a. Ongeveer 1,5 liter van het monster (bij sterk verteerd en nog zeer nat veen moet meer worden genomen) wordt regelmatig verdeeld over een (of eventueel 2) getarrede aluminium scha(a)-l(en) en gewogen. Het gedeelte van het monster bestemd voor de bepaling van de watercapaciteit wordt vooraf verkruimd met gebruik van een zeefguss van circa 5 mm. De overslag wordt gelijkmatig over het verkruimd monster verdeeld, na verkleining (hekselen, knippen, uit elkaar pluizen). De schalen met inhoud worden een nacht in de droogstoof geplaatst bij 40-45° C. Daarna worden de schalen een dag (circa 24 u) lang bij de stof geplaatst en tenslotte droog. Beide wegingen op 0,2 g nauwkeurig uitvoeren.

2. Détermination en deux phases

Principe

L'échantillon est d'abord séché à 40 - 45° C jusqu'à ce qu'il soit "sec à l'air". Une partie de l'échantillon subit ensuite une dessiccation à 100° C  $\pm$  3°.

Appareillage

Une étuve comme décrit ci-devant.

Des plateaux rectangulaires en aluminium d'une longueur de  $\pm$  35 cm, d'une largeur de  $\pm$  25 cm et d'une hauteur de  $\pm$  5 cm.

Des pese-filtres en verre ou en métal.

Technique analytique

a. Etaler de façon régulière environ 1,5 litre de l'échantillon sur un (ou éventuellement deux) plateau (x) taré(s) en aluminium et peser (pour les tourbes fortement décomposées et encore humides il y a lieu de prélever une partie plus importante). La partie de l'échantillon destinée à la détermination de la capacité d'absorption d'eau est émietée préalablement en utilisant un tamis à mailles d'environ 5 mm. Le refus écourté (hâchage, découpage, effilochage) est mélangé uniformément avec l'échantillon émietté. Les plateaux sont placés avec leur contenu pendant une nuit dans l'étuve réglée à 40-45° C. Les plateaux sont ensuite exposés à l'air pendant une journée (environ 24 h) et pesés. Effectuer les deux pesées avec une précision de 0,2 g.

b. Een hoeveelheid van tenminste 65 g "luchtdroog" materiaal wordt gemalen tot het een zeef met maaswijdte van 0,3 mm passeert. Van het gemalen luchtdroge monster wordt 2-4 g in een weegbuisje ingewogen, 4 uur in de droogstoof bij  $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$  gedroogd en, nu afkoelen in een exsiccator, gewogen. Beide wegingen op 0,5 mg nauwkeurig uitvoeren.

Berekening

a. Het bij  $40^{\circ}$  onttrokken water  $V_v$  bedraagt in procent :

$$V_v = \frac{c - d}{c} \cdot 100$$

waarin c = aantal grammen ingewogen stof;

d = aantal grammen terug gewogen "luchtdroge" stof.

b. Het vocht in het "luchtdroge" monster  $V_{1d}$  bedraagt in procenten :

$$V_{1d} = \frac{e - f}{e} \cdot 100$$

waarin e = aantal grammen ingewogen "luchtdroge" stof ;

f = aantal grammen terug gewogen droge stof.

Uit  $V_v$  en  $V_{1d}$  is het totaal vochtgehalte  $V_t$  in procenten berekend volgens de formule :

$$V_t = \frac{(100 - V_v) \cdot V_{1d} + V_v}{100}$$

Opmerkingen

1. De vochtbepaling in het "luchtdroge" monster wordt tenminste in dublo uitgevoerd.  $V_{1d}$  ligt gewoonlijk tussen 9 en 13 %.

b. Une partie d'au moins 65 g de la matière "sèche à l'air" est moulue jusqu'à passage au tamis à mailles de 0,3 mm. 2 à 4 g de cet échantillon moulu et "sec à l'air" sont pesés dans un pèse-filtre, placés pendant 4 heures dans une étuve à  $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$  pesés après refroidissement dans un exsiccateur. Effectuer les deux pesées avec une précision de 0,5 mg.

Calcul

a. L'humidité  $V_v$  en pour-cent éliminée à  $40^{\circ} \text{C}$  est égale à :

$$V_v = \frac{c - d}{c} \cdot 100$$

où c = nombre de grammes de la prise d'essai de la matière;

d = nombre de grammes de la prise d'essai de la matière "sèche à l'air".

b. L'humidité de l'échantillon "sec à l'air"  $V_{1d}$  en pour-cent est égale à :

$$V_{1d} = \frac{e - f}{e} \cdot 100$$

où e = nombre de grammes de la prise d'essai de la matière "sèche à l'air";

f = nombre de grammes de matières sèche pesée.

Avec les données  $V_v$  et  $V_{1d}$ , l'humidité totale, en pour-cent, est calculée par la formule :

$$V_t = \frac{(100 - V_v) \cdot V_{1d} + V_v}{100}$$

Remarques

1. La détermination de la teneur en humidité de l'échantillon "sec à l'air" est effectuée au moins en double. Le  $V_{1d}$  est situé généralement entre 9 et 13 %.

2. Het gemalen "luchtdroge" materiaal dient tevens voor de bepaling van het gloeiverlies (b) en van de verteringsgraad (c) en dient dus in hermetisch gesloten verpakking te worden bewaard.

3. Het niet gemalen deel van het monster dient voor de bepaling van de botanische analyse en de bepaling van de fijnheid. Hiertoe dient dit materiaal in hermetisch gesloten verpakking te worden bewaard. Voor de bepaling van de watercapaciteit mag  $V_{1d}$  niet groter zijn dan 15 %.

4. Het resultaat moet op 0,1 percent worden afgerond.

2. La matière "sèche à l'air" moulue sert également à la détermination de la perte à la calcination (b) et du degré de décomposition (c) et doit donc être conservée dans un emballage hermétique.

3. La partie non moulue de l'échantillon sert à l'examen botanique et à la détermination de la finesse. A cette fin, il y a lieu de conserver la matière dans un emballage hermétique. Pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau le  $V_{1d}$  ne peut pas être supérieur à 15 %.

4. Le résultat doit être arrondi à 0,1 %.

Methode BNL-Div-5-b : Bepaling van de organische stof van veen, turfstrooisel en tuinturf

### Principe

De stof wordt bij een temperatuur van  $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$  gegloeid. Het percentage gloeiverlies van de droge stof, bij veen eventueel gecorrigeerd voor water uit slib en  $\text{CO}_2$  uit carbonaten, wordt gelijkgesteld aan het gehalte aan organische stof van de droge stof.

### Analysemateriaal

"Luchtdroog" gemalen materiaal dat een zeef met maaswijdte 0,3 mm kan passeren (zie onder vocht "in twee trappen").

### Apparatuur

Een elektrische verhitte moffeloven met automatische temperatuurregeling en temperatuur-moetinrichting.

Porseleinen gloeischaaftjes, rechthoekig met een lengte van  $\pm 5$  cm en een breedte van  $\pm 4$  cm, of rond met een diameter van  $\pm 5$  cm.

### Uitvoering

In een vooraf gegloeid en gewogen gloeischaaftje wordt 2-3 g stof op 1 mg nauwkeurig ingewogen en in de koude moffeloven geplaatst. De oven wordt op temperatuur gebracht en gedurende 2 uur op  $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$  gehouden (Als het monster in de hete oven wordt geplaatst is een voorverassing noodzakelijk). Na gedeeltelijke afkoeling wordt de afvoerpijp van de oven gesloten; eerst daarna wordt de deur geopend en het schaaftje in een exsiccator overgebracht. Na afkoeling terug wegen. De verassing is volledig als zich geen zwarte deeltjes meer in het residu bevinden.

Méthode BNL-Div-5-b : Détermination des matières organiques de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole

### Principe

La matière est calcinée à la température de  $900^{\circ} \pm 25^{\circ} \text{C}$ . La perte à la calcination de la matière sèche, corrigée éventuellement, pour la terre des tourbières, par l'humidité fixée sur la fraction argilo-limoneuse et par le dioxyde de carbone provenant des carbonates, est considérée comme étant la teneur en matières organiques de la matière sèche.

### Echantillon destiné à l'analyse

Substance "sèche à l'air", moulue et pouvant passer à travers un tamis à mailles de 0,3 mm (voir détermination de l'humidité" en deux phases").

### Appareillage

Four à moufle chauffé électriquement, à réglage de température automatique et avec un dispositif de mesure de la température.

Capsules d'incinération rectangulaires, en porcelaine, d'une longueur de  $\pm 5$  cm et d'une largeur de  $\pm 4$  cm, ou rondes avec un diamètre de  $\pm 5$  cm.

### Technique analytique

Peser exactement, à 1 mg près, 2 à 3 g de matière dans une capsule d'incinération préalablement passée au four et pesée, et placer le tout dans un four à moufle non chauffé. Porter le four à la température de  $900^{\circ} \pm 25^{\circ} \text{C}$  et maintenir celle-ci pendant 2 heures (Lorsque l'échantillon est placé dans un four chauffé, il y a lieu d'effectuer une précalcination). Le tube d'évacuation du four est fermé après refroidissement partiel; ensuite ouvrir le four et placer la capsule dans un exsiccateur. Effectuer la seconde pesée après refroidissement. La calcination est complète lorsque le résidu ne renferme plus de particules noires.

Berekening

Percent organische stof in de droge stof = percent gloeiverlies in de droge stof = a.

$$a = \frac{g \left( \frac{100 - V_{1d}}{100} \right) - h}{g \left( \frac{100 - V_{1d}}{100} \right)} \cdot 100$$

waarin g = mg ingewogen "luchtdroog" materiaal;

h = mg residu na gloeien ;

V<sub>1d</sub> = vochtgehalte "luchtdroog" materiaal.

Bij slibhoudend veen

% organische stof in de droge stof = % gloeiverlies - 0,06 maal het percent der minerale delen < 16% in de droge stof (bepaling : zie Bijlage 1).

Indien het veen kalkhoudend is moet bovendien worden gecorrigeerd voor CO<sub>2</sub> uit carbonaten. Met de mogelijkheid van aanwezigheid van kalk moet rekening worden gehouden indien de pH (zie d) hoger is dan 6,0.

Opmerking.

Het resultaat moet op 0,1 percent worden afgerond.

Calcul

Pourcentage de matières organiques dans la matière sèche = pourcentage de perte à la calcination de la matière sèche = a.

$$a = \frac{g \left( \frac{100 - V_{1d}}{100} \right) - h}{g \left( \frac{100 - V_{1d}}{100} \right)} \cdot 100$$

où g = mg de la prise d'essai de matière "sèche à l'air";

h = mg de résidu de calcination;

V<sub>1d</sub> = humidité de la matière "sèche à l'air".

Pour la terre de tourbières argilo-limonense.

% de matières organiques de la matière sèche = % de perte à la calcination - 0,06 fois le pourcentage de fraction minérale inférieure à 16% de la matière sèche (détermination : voir Annexe 1).

Lorsque la terre des tourbières renferme de la chaux, il y a lieu d'apporter une correction pour le CO<sub>2</sub> des carbonates. Il y a lieu de tenir compte de la présence possible de chaux lorsque le pH (voir d) est supérieur à 6,0.

Remarque

Le résultat doit être arrondi à 0,1 pour-cent.

Methode BII-Div-5-c : Bepaling van de verteringsgraad van voen, turfstrooisel en tuinfurf

Méthode BII-Div-5-c : Détermination du degré de décomposition de la terre de tourbières, la litière de tourbe et la tourbe horticoles

Principe

De r-waarde geeft aan het percentage van de organische stof dat niet bij de hydrolyse met zwavelzuur in oplossing gaat. Aangezien gedurende de veenvorming de niet-hydrolyseerbare stoffen verhoudingsgewijs toenemen, kan de r-waarde als maat voor de verteringsgraad dienen.

Principe

La valeur r constitue la fraction, en pourcentage, de matière organique qui n'est pas dissoute par hydrolyse à l'acide sulfurique. Comme la fraction des matières non hydrolysables augmente proportionnellement lors de la formation de fagnes, la valeur r peut servir de mesure du degré de décomposition.

Analysemateriaal

"Luchtdroog" gemalen materiaal, dat een zeef met maaswijdte 0,3 mm kan passeren (zie onder vocht "in twee trappen").

Echantillon destiné à l'analyse

Matière tourbeuse "sèche à l'air" et moulu de façon à pouvoir passer au tamis à mailles de 0,3 mm (voir détermination de l'humidité" en deux phases")

W

Apparatuur

Bekerglansjes van 50 ml, laag model, voorzien van horlogeglansjes en passende (korte) roerstaafjes.

Appareillage

Béchers de 50 ml, forme basse, pourvus de verres de montre et de baguettes d'agitation (courtes) appropriées.

Platbodemkolven 750 ml.

Ballons de 750 ml à fond plat.

Terugvloei-coelers.

Réfrigérants à reflux.

Porceleinen filterkroezen A2.

Creusets filtrants A 2 en porcelaine.

Reagentia

72 % zwavelzuur (d = 1,635)

Réactifs.

Acide sulfurique 72 % (d = 1,635).

Uitvoering

Ongeveer 1g stof wordt op 0,2 mg nauwkeurig in een bekerglansje ingewogen. Onder roeren worden geleidelijk 10 ml zwavelzuur 72 % (d = 1,635) toegevoegd. Het roeren wordt voortgezet tot volledige homogenisatie. Elk kwartier wordt omgeroerd. Na 3 uur wordt het mengsel in een kolf met platte bodem van 750 ml overgespoeld. Na aanvullen met water tot 400 ml wordt gedurende 5 uur zacht gekookt aan een terugvloei-coeler. De kolf moet af en toe omgezwenkt worden om kleine deeltjes aan de wand te verwijderen. De volgende morgen wordt de bovenstaande heldere vloeistof door een porceleinen

Technique analytique

Peser, à 0,2 mg près, environ 1 g de substance dans un petit bécher. Tout en agitant, ajouter progressivement 10 ml d'acide sulfurique 72 % (d = 1,635) et continuer à agiter à la baguette jusqu'à ce que le tout soit convenablement mélangé. Agiter ensuite tous les quarts d'heure. Après trois heures transvaser quantitativement le mélange dans un ballon de 750 ml à fond plat. Ajouter de l'eau pour obtenir un volume de 400 ml et faire bouillir doucement pendant 5 heures sous réfrigérant à reflux. Agiter doucement le ballon de temps en temps pour détacher les petites particules qui adhèrent à la paroi. Le liquide clair surnageant est décanté le lendemain matin.



filterkroes A2 gezogen en tenslotte het residu daarin overgespoeld en met water gewassen tot sulfaatvrij.

sur un creuset filtrant A2 en porcelaine sous vide et le résidu est ensuite transvasé avec de l'eau sur ce filtre et lavé à l'eau jusqu'à disparition des ions sulfates.

De kroes wordt gedurende 4 uur gedroogd bij 100° C ± 3° en na afkoelen gewogen (K gram). Daarop wordt het kroesje met residu in de koude moffeloven geplaatst en gegloeid (2 uur op 900° C ± 24°). Na afkoelen tweede weging (L gram).

Le creuset est séché pendant 4 heures à 100° C ± 3° et pesé après refroidissement (K grammes). Ensuite le creuset, contenant le résidu, est placé dans un four à moufle non chauffé et y est calciné (2 heures à 900° C ± 25°C). Une deuxième pesée est effectuée après refroidissement (L grammes).

Berekening

De verteringsgraad r wordt als volgt berekend :

$$r = \frac{(K - L) \cdot 10^6}{i (100 - V_{1d}) \cdot a}$$

waarin i = grammen ingewogen stof ;

K - L = aantal grammen gloeiverlies van het residu;

V<sub>1d</sub> = vochtgehalte van het ingewogen "luchtdroge" veen;

a = percent gloeiverlies van het droge uitgangsmateriaal, eventueel gecorrigeerd voor CO<sub>2</sub> uit carbonaten (zie b).

Opmerking

Het resultaat moet op 0,5 % worden afgerond.

Calcul

Le degré de décomposition est calculé comme suit :

$$r = \frac{(K - L) \cdot 10^6}{i (100 - V_{1d}) \cdot a}$$

où i = prise d'essai exprimé en grammes;

K - L = perte à la calcination du résidu exprimée en grammes;

V<sub>1d</sub> = Teneur en humidité de la prise d'essai de la terre de tourbières "sèche à l'air";

a = pourcentage de perte à la calcination de la matière sèche originale corrigé éventuellement pour le CO<sub>2</sub> provenant des carbonates (voir b).

Remarque

Le résultat doit être arrondi à 0,5 %.

Methode BNT-Div-5-d-e-f : Bepaling van de pH, gloeirint van het water-extract en chloor van veen, turf-strooisel en tuinturf

Méthode BNT-Div-5-d-e-f : Détermination du pH, du résidu de calcination de l'extrait aqueux, du chlore de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole

Principe

De pH van de stof wordt met een pH-meter en bijbehorende elektroden gemeten. De hoeveelheid in water oplosbare minerale bestanddelen wordt berekend uit het geleidingsvermogen van een waterig extract. Het percentage chloor (in de vorm van Cl<sup>-</sup>) wordt in dit extract bepaald door titratie.

Principe

Le pH de la matière est déterminé au moyen d'un pH-mètre à électrodes appropriées. La teneur des constituants minéraux solubles dans l'eau est évaluée d'après la conductibilité d'un extrait aqueux. Le pourcentage en chlore dans cet extrait (sous forme de Cl<sup>-</sup>) est déterminé par titration.

Analysemateriaal

Ongeveer 0,5 l goed homogeen gemaakt materiaal van het uitgangsmonster.

Echantillon destiné à l'analyse

Environ un 0,5 g de l'échantillon initial, préalablement homogénéisé.

Apparatuur voor d en e :

Schudmachine of roterapparaat.

Een geleidbaarheidsmeter (Principe: brug van Wheatstone) met geschikte meetcel.

pH-meter met een glas- en een calomelelektrode.

Erlenmeyerkolven van 500 ml.

Uitvoering

Aan een 10 g droge stof bevattende hoeveelheid van het monster wordt in een erlenmeyerkolf van 500 ml zoveel gedestilleerd water toegevoegd dat inclusief het vocht in het monster 250 ml water aanwezig is.

De in te wegen hoeveelheid wordt al volgt berekend :

$$i = \frac{1000}{100 - V_t} \text{ gram}$$

De toe te voegen hoeveelheid water is dan  $W = 250 - \frac{10 \cdot V_t}{100 - V_t}$

waarin  $V_t$  = vochtgehalte van het analysemateriaal.

Appareillage pour d et e :

Agitateur ou culbuteur.

Un appareil pour la mesure de la conductibilité (principe : pont de Wheatstone), à cellule de mesure appropriée.

pH-mètre à électrode de verre et électrode au calomel.

Fioles coniques (Erlenmeyer) de 500 ml.

Technique analytique

Introduire dans un erlenmeyer de 500 ml une quantité d'échantillon correspondant à 10 g de matière sèche et suffisamment d'eau distillée pour qu'il y ait 250 ml d'eau, compte tenu de la teneur en eau de l'échantillon.

La quantité de matière à prélever est calculée comme suit :

$$i = \frac{1000}{100 - V_t} \text{ grammes}$$

La quantité d'eau à ajouter  $W = 250 - \frac{10 \cdot V_t}{100 - V_t}$

où  $V_t$  = teneur en humidité de l'échantillon soumis à l'analyse.

Het monster wordt op 0,1 g nauwkeurig ingewogen, het water op 2 ml nauwkeurig toegevoegd.

In de schudmachine of het roteerapparaat wordt 1 uur krachtig geschud. Ongeveer 50 ml van het extract wordt afgefiltreerd (p.a. filterpapier) voor de bepaling van gloeirrest waterextract en chloor.

d. pH : In de rest van de suspensie wordt de pH elektronisch gemeten. De uit een duplo verkregen gemiddelde waarde wordt op 0,1pH afgerond.

#### e. Gloeirrest waterextract :

In het verkregen filtraat wordt het specifieke geleidingsvermogen gemeten bij een temperatuur die afgelezen wordt op 0,1° C nauwkeurig.

#### Berekening

Het specifiek geleidingsvermogen bij 10°C =  $K_{10} = \frac{S_t}{c \times R_t \times 10^4}$

waarin :

$S_t$  = correctiefactor voor temperatuur (zie bijlage 2);

$c$  = celconstante van de gebruikte meetcel (= aan een tabel te ontleen specifieke weerstand van een 0,0200n KCl (p.a.)- oplossing in zuiver gedestilleerd water, gedeeld door de bij gebruik van de meetcel gemeten weerstand van deze oplossing bij dezelfde temperatuur plus of min 0,1°C);

$R_t$  = gemeten elektrische weerstand in Ohms.

Voor de gevonden waarden van  $K_{10}$  wordt met behulp van grafieken (zie bijlagen 3 en 4) het bijbehorende % gloeirrest in de droge stof opgezocht.

Alsgezien deze grafieken zijn gebaseerd op de schudverhouding 1 + 5 meet de gevonden waarde nog met de factor 5 worden vermenigvuldigd.

La pesée de l'échantillon est effectuée avec une précision de 0,1 g et l'eau ajoutée à 2 ml près.

Agiter vigoureusement pendant une heure dans un secoueur ou un agitateur rotatif. Filtrer environ 50 ml de l'extract (sur papier filtre p.a.) pour la détermination du résidu de calcination de l'extract aqueux et de la teneur en chlore.

d. pH : le pH est mesuré dans le restant de la suspension par électrométrie. La valeur moyenne de la détermination, effectuée en double, est arrondi à 0,1pH.

#### e. Résidu de calcination de l'extract aqueux :

On détermine dans la filtrat obtenu la conductibilité spécifique à une température qui est mesurée à 0,1° C près.

#### Calcul

La conductibilité spécifique à 10° C =  $K_{10} = \frac{S_t}{c \times R_t \times 10^4}$

où :

$S_t$  = facteur de correction pour la température (voir annexe 2);

$c$  = constante de la cellule de mesure utilisée (résistance spécifique relevée d'un tableau établi avec une solution 0,0200n de KCl p.a. dans de l'eau distillée pure, divisée par la résistance de cette solution mesurée au moyen de la cellule de mesure à la même température à plus ou moins 0,1° C);

$R_t$  = résistance électrique mesuré, exprimée en Ohms.

Pour la valeur de  $K_{10}$  obtenue, on recherche, à l'aide de graphiques (voir annexes 3 et 4), le pourcentage correspondant au résidu de calcination de l'extract aqueux dans la matière sèche.

Comme ces graphiques sont basés sur le rapport d'agitation de 1 + 5, la valeur trouvée doit encore être multipliée par le facteur 5.

f. Chloor :

Het percentage chloor wordt biampérometrisch bepaald (volgens de "Deadstop methode").

Apparatuur

Potentiometer met mogelijkheid voor biampérometrie;

2 Ag-AgCl elektroden verenigd in één unit waarin de elektroden zich zo dicht mogelijk in elkaars nabijheid bevinden zonder elkaar te raken;

Magnetische roerder.

Reagentia

Zilvernitraatoplossing : 0,1 - 0,01-0,001 n.

Uitvoering

Pipetteer een bepaalde hoeveelheid van het extract in een wijdhals erlenmeyerkolf van 200 ml, dompel de elektroden in de oplossing, eventueel zoveel water toevoegend dat de elektroden zijn ondergedompeld. Roerstaafje inbrengen en deze met behulp van de magnetische roerder zo snel laten draaien dat juist geen luchtballen in de vloeistof worden getrokken.

Zilvernitraat-oplossing uit een buret toedruppelen tot de langzaam oplopende wijzer van de potentiometer plotseling terugvalt. Buret aflezen. Elektroden en erlenmeyer spoelen met gedestilleerd water.

Opmerkingen

Het Cl-gehalte van het extract is bepalend voor de keuze van de concentratie van de  $AgNO_3$ -oplossing. Er moet nl. niet meer  $AgNO_3$ -oplossing worden toegevoegd dan ongeveer 5 à 10 ml.

f. Chlore:

Le pourcentage en chlore est déterminé par la méthode biampérométrique (méthode "dead-stop").

Appareillage

Potentiomètre équipé pour la biampérométrie;

2 électrodes Ag-AgCl combinées dans un ensemble où les électrodes se trouvent aussi près que possible l'une de l'autre, sans se toucher;

Agitateur magnétique.

Réactifs

Solution de nitrate d'argent, 0,1 - 0,01 - 0,001 n.

Technique analytique

Prélever à la pipette une partie aliquote de l'extrait dans un erlenmeyer de 200 ml à large ouverture, introduire les électrodes dans la solution et ajouter éventuellement une quantité d'eau suffisante pour couvrir les électrodes. Introduire la baguette d'agitation et faire tourner celle-ci à l'aide de l'agitateur magnétique à une vitesse telle qu'aucune bulle d'air ne soit aspirée dans le liquide.

Introduire goutte à goutte, à l'aide d'une burette, la solution de nitrate d'argent jusqu'au moment où l'aiguille du potentiomètre après être montée lentement, retombe brusquement. Noter la quantité de solution écoulee de la burette. Rincer les électrodes et l'erlenmeyer à l'eau distillée.

Remarques

La teneur en Cl de l'extrait est déterminante pour le choix de la concentration de la solution de  $AgNO_3$ . La quantité de solution de nitrate d'argent ajoutée ne peut pas dépasser 5 à 10 ml.

Er mag geen coagulaat van  $\text{AgCl}$  ontstaan dat kortsluiting kan geven. In dit geval moet de te titreren oplossing worden verdund.

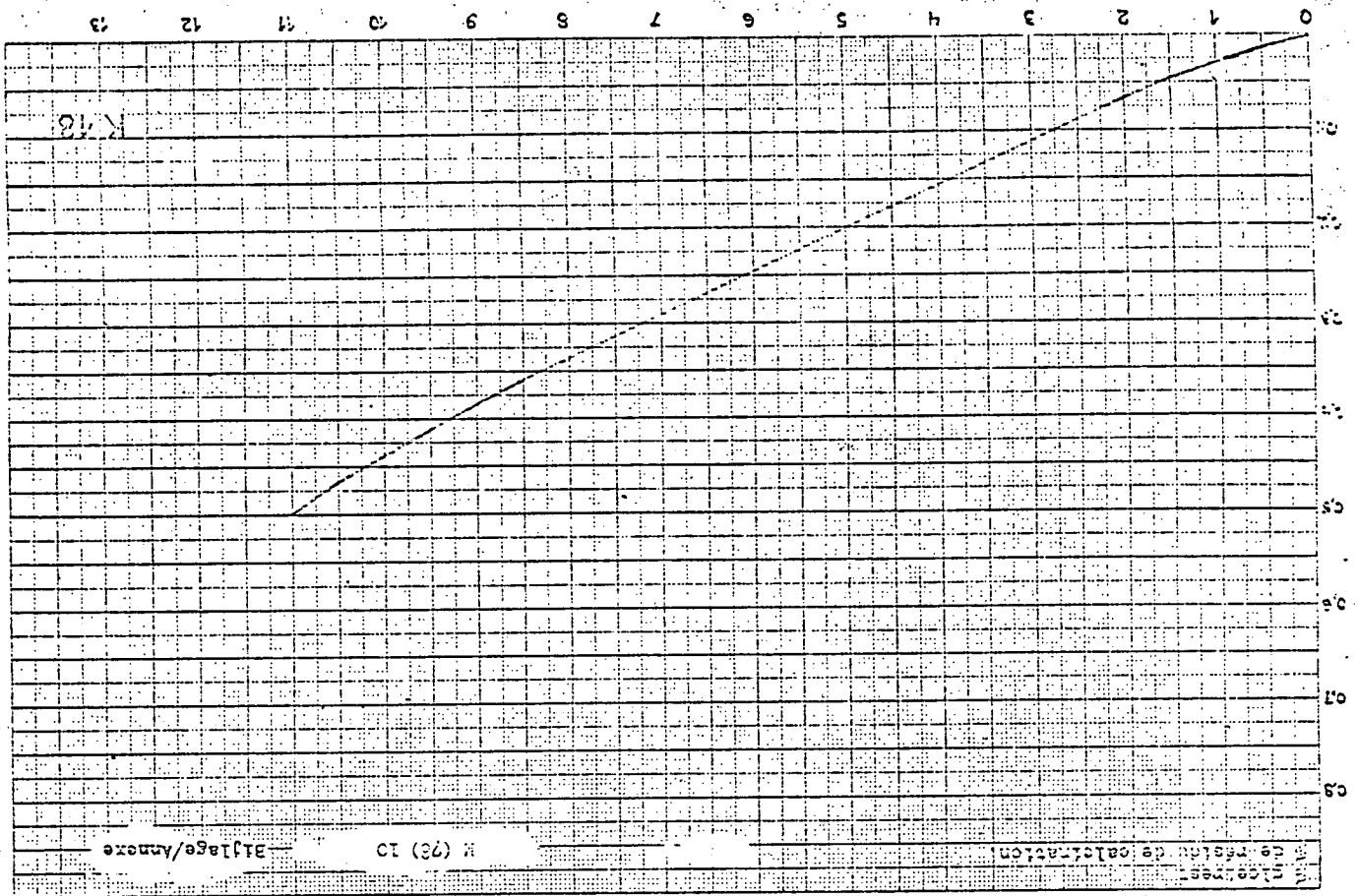
Indien het waterextract alkalisch reageert dient vóór de titratie te worden aangezuurd met salpeterzuur tot zwak zure reactie.

Lorsqu'un court-circuit est provoqué par le dépôt de  $\text{AgCl}$ , diluer la solution avant la titration.

Lorsque l'extrait aqueux est alcalin, ajouter de l'acide nitrique jusqu'à obtention d'une réaction faiblement acide.

Temperatuurfactor volgens H. PLYSSNER voor geleidingsverpogen  
(Arch. Wiss. Gesundh. Nat. 20 (1909), 521) - ontwerpno. V 1056  
Facteur de température (selon PLYSSNER) pour la conductibilité

0	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
0	1,706	1,700	1,694	1,687	1,681	1,674	1,668	1,661	1,655	1,648
1	1,342	1,636	1,630	1,624	1,618	1,612	1,606	1,600	1,594	1,588
2	1,582	1,576	1,570	1,565	1,559	1,554	1,548	1,543	1,538	1,532
3	1,527	1,521	1,516	1,511	1,505	1,500	1,495	1,490	1,485	1,480
4	1,475	1,470	1,465	1,460	1,455	1,450	1,445	1,441	1,436	1,431
5	1,427	1,422	1,417	1,413	1,408	1,403	1,399	1,395	1,390	1,385
6	1,381	1,377	1,372	1,368	1,364	1,360	1,355	1,351	1,347	1,343
7	1,339	1,335	1,330	1,326	1,322	1,318	1,314	1,310	1,307	1,303
8	1,299	1,295	1,291	1,287	1,284	1,280	1,276	1,272	1,269	1,265
9	1,261	1,257	1,254	1,250	1,247	1,243	1,239	1,236	1,232	1,229
10	1,225	1,222	1,219	1,216	1,212	1,209	1,205	1,202	1,199	1,195
11	1,192	1,189	1,186	1,183	1,179	1,176	1,173	1,169	1,166	1,163
12	1,160	1,157	1,154	1,151	1,148	1,145	1,142	1,139	1,136	1,133
13	1,130	1,127	1,124	1,121	1,118	1,115	1,112	1,109	1,106	1,104
14	1,101	1,098	1,095	1,093	1,090	1,088	1,085	1,082	1,080	1,077
15	1,074	1,071	1,068	1,066	1,063	1,061	1,058	1,055	1,053	1,050
16	1,048	1,045	1,043	1,040	1,038	1,036	1,033	1,031	1,028	1,026
17	1,024	1,021	1,019	1,016	1,014	1,012	1,009	1,007	1,004	1,002
18	1,000	0,999	0,996	0,993	0,991	0,989	0,987	0,985	0,982	0,980
19	0,978	0,976	0,974	0,971	0,969	0,967	0,965	0,963	0,960	0,958
20	0,956	0,954	0,952	0,950	0,948	0,946	0,944	0,942	0,940	0,938
21	0,936	0,934	0,932	0,930	0,928	0,926	0,924	0,922	0,920	0,918
22	0,915	0,914	0,912	0,910	0,908	0,906	0,904	0,902	0,900	0,899
23	0,899	0,895	0,893	0,892	0,890	0,888	0,886	0,885	0,883	0,881
24	0,879	0,877	0,876	0,874	0,872	0,870	0,868	0,867	0,865	0,863
25	0,861	0,859	0,858	0,856	0,854	0,852	0,850	0,849	0,847	0,846



K 18

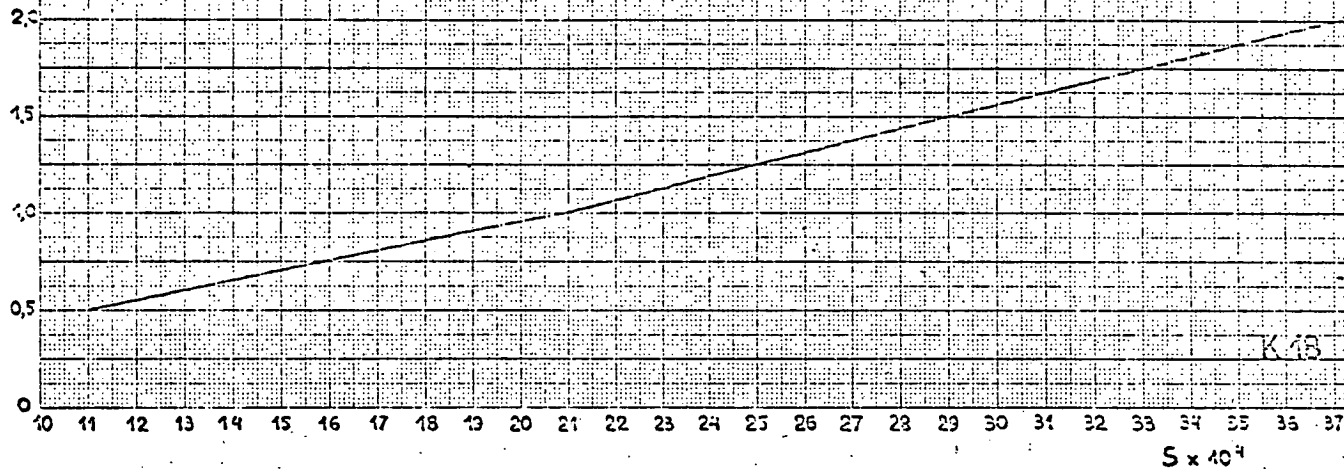
Bljage/Amore

M (78) 10

de residu de calstracion

M (76) 10 Bijlage/Annexe

gloelrest  
de résidu de calcination



K 18



Methode DHT-Div-5-g : Bepaling van de watercapaciteit van veen, turfstrooisel en tuinturf

Méthode DHT-Div-5-g : Détermination de la capacité d'absorption d'eau de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticoles

Principe

Het monster wordt in vacuüm verzadigd met water. Na een bepaalde tijd uitlekken bij een gemiddelde pF-waarde van 1,0 wordt de hoeveelheid in het monster aanwezige water door weging bepaald.

Principe

L'échantillon est saturé sous vide avec de l'eau. Après égouttement durant un temps déterminé, sous une valeur pF moyenne de 1,0 la quantité d'eau, présente dans l'échantillon, est déterminée par pesée.

Apparatuur (zie schema)

Afzuigpot volgens Witt (hoogte 22,5 cm en 15 cm diameter), waarvan de tubus in het deksel is voorzien van een draadbare Z-vormige buis voor de watertoevoer :

Appareillage (voir schéma)

Appareil selon Witt (hauteur 22,5 cm et diamètre 15 cm) dont l'embouchure du couvercle est muni d'un tube adhésif d'eau déplaçable (amovible) en forme de Z :

Cylindrisch vat 19 cm hoog en in de afzuigpot passend;

Vase cylindrique d'une hauteur de 19 cm et pouvant être placé dans la jarre à vide;

Luchtinlaat in het afzuigstysteem;

Tube d'aération d'air à la canalisation à vide;

Afzuigpomp met manometer;

Pompe à vide avec manomètre;

Plastic buizen van hetzelfde gewicht, lengte ongeveer 20 cm  $\phi$  4 cm, aan het ene einde met fijnmazig nylon afgesloten (waartoe aan de buizen een kleine "kraag" is aangebracht);

Tubes en plastique de même poids, d'une longueur de  $\pm$  20 cm et d'un diamètre de 4 cm, dont l'ouverture inférieure est recouverte par une gaze en nylon à mailles fines, (l'orifice de ces tubes est pourvu à cet effet d'un petit évasement);

Gewichten van 200 g en diameter 38 mm (gemakkelijk te gieten van lood).

Poids de 200g d'un diamètre de 38 mm (se prépare facilement avec du plomb fondu).

De apparatuur voor uitlekken bestaat uit de volgende delen : platte schaal met regeling voor constant waterniveau; geperforeerde vlakke plaat (bv. porcelein exsiccatorplaat) met een viervoudige laag grof filterpapier, waarvan de naar beneden gevouwen rand in het water hangt. De afstand tussen het wateroppervlak en de onderkant van de plastic buizen moet constant op 15 mm worden gehouden.

L'appareillage pour l'égouttement comprend les parties suivantes : plateau muni d'un dispositif pour assurer un niveau d'eau constant; plaque perforée (p.e. plaque en porcelaine d'un exsiccateur) recouverte de quatre couches de papier filtre épais, dont les bords repliés vers le bas plongent dans l'eau. La distance entre la surface de l'eau et la partie inférieure des tubes en plastique doit être maintenue constamment à 15 mm.

Analysemateriaal

"Iachtroo" materiaal" verkregen als beschreven in DIV.05-a-2 onder a. Het  $V_{1d}$  mag niet hoger zijn dan 15 %

Echantillon destiné à l'analyse matière "èche à l'air" obtenue de la façon décrite sous DIV.05-a-2 sous a. L'humidité de la matière "èche à l'air" ( $V_{1d}$ ) ne doit pas être supérieure à 15 %

Hutvoering

De plastic buizen worden in water gedempeld en gewogen nadat men deze 15 min. heeft laten uitlekken op de daartoe bestemde apparatuur (fig. 2) (n gram). Dan worden de buizen met het te onderzoeken veenprodukt gevuld in porties van  $\pm 20$  ml (ongeveer 1/10 deel van de totale inhoud). Telkens na de inbreng van één portie laat men de buis van een hoogte van 5 en 5 maal loodrecht op een houten ondergrond vallen. De totale hoogte van de vulling moet na belasting met het gewicht van 200 g 17 cm bedragen. De buizen worden nu (zonder de gewichten) gewogen (n gram). De gewichten van de plo's mogen niet meer dan 10 g uiteenliggen, anders moeten de buizen opnieuw gevuld worden (Dit treedt allen op bij monsters die sterk ontmengen en waarbij onvoldoende zorg is besteed aan het vullen van de buizen).

Daarna worden de buizen, voorzien van het gewicht, in een kring in het zich in de afzuigpot bevindende vat geplaatst, dat met water wordt gevuld tot ongeveer 2 cm boven het oppervlak van het monster in de buizen (fig. 1).

De afzuigpot wordt tot op 30 mm Hg geëvacueerd. Deze onderdruk moet binnen een half uur worden bereikt en gedurende 15 minuten worden gehandhaafd. Ingeval boven het monster in de plasticbuis geen water staat laat men het er met behulp van de draaibare buis in vloeien. Wanneer het waterpeil binnen en buiten de buis even hoog is wordt door voorzichtig openen van de inlaat, lucht in de afzuigpot toegelaten, waarbij het water in de buizen daalt. Via de draaibare buis wordt dan opnieuw water aangevuld. Door afwisselend toelaten van lucht en water wordt het vacuüm langzaamhand geheel opgeheven. Er moet voorkomen worden dat gedurende deze behandeling het oppervlak van het monster steeds onder water blijft; anders moet opnieuw worden geëvacueerd.

Technique analytique

Les tubes en plastique sont immergés dans l'eau et pesés, après égouttement pendant 15 minutes, sur l'appareillage prévu à cette fin (fig. 2) (n grammes). Ces tubes sont ensuite remplis avec la matière tourbeuse à examiner par portions de  $\pm 20$  ml (environ 1/10 de la contenance totale). Après l'introduction de chaque portion on laisse tomber verticalement le tube 5 fois d'une hauteur de 5 cm sur un fond en bois. La hauteur totale remplie doit atteindre 17 cm après placement du poids de 200g. Les tubes sont ensuite pesés (sans les poids) (n grammes). La double pesée ne doit pas accuser une différence de plus de 10 gr., sinon il y a lieu de remplir à nouveau les tubes (Cocasse es présente que pour les échantillons qui ne sont pas homogènes et pour lesquels le remplissage a été effectué sans y apporter les soins voulus).

Ensuite, les tubes, munis de leurs poids, sont placés en cercle dans le vase qui se trouve dans l'appareil de Witt.

Le vase est rempli avec de l'eau jusqu'à un niveau qui dépasse d'environ 2 cm la surface de l'échantillon dans les tubes (fig. 1).

La pression dans l'appareil de Witt est réduite à 30 mm de Hg.

Ce vide doit être obtenu endéans la demi-heure et doit être maintenu pendant 15 minutes. Lorsqu'il n'y a pas d'eau au-dessus de l'échantillon dans le tube, on laisse couler de l'eau par le tube rotatif. Lorsque les niveaux d'eau à l'intérieur et à l'extérieur du tube sont à la même hauteur, on laisse entrer de l'air dans l'appareil de Witt en ouvrant prudemment le tube d'entrée. Le niveau de l'eau dans les tubes descend. On ajoute de l'eau par le tube adducteur en forme de Z. Le vide est lentement comblé par des admissions alternatives d'air et d'eau. Il y a lieu de veiller à ce que, pendant toute l'opération, la surface de l'échantillon reste constamment recouverte par l'eau, sinon on doit refaire le vide.

De gewichten mogen nu worden verwijderd om te worden gebruikt voor een volgende charge, maar de buizen blijven nog 1 etmaal (ongeveer 24 u.) in het water staan.

Daarna worden ze uit het water genomen, 15 minuten lang op de apparaatuur voor uitlekken geplaatst en tenslotte gewogen (p gram).

#### Berekening

De watercapaciteit in g water per 100 g droge stof wordt verkregen uit :

$$w. \text{ cap.} = \frac{10.000 (n-m)}{(n-m)(100 - V_{1d})} - 100$$

waarin m = gewicht van de lege buis

n = gewicht van de buis gevuld met "luchtdroog" monstermateriaal;

p = gewicht van de buis met monstermateriaal verzadigd met water;

$V_{1d}$  = vochtgehalte van het "luchtdroog" monster.

#### Opmerking

Het resultaat wordt afgerond op tientallen.

Les poids peuvent être enlevés à présent pour être utilisés lors d'essais ultérieurs, mais les tubes restent encore pendant 24 heures dans l'eau. Ensuite ils sont retirés de l'eau, placés pendant 15 minutes sur l'appareil d'égouttement et pesés (p grammes).

#### Calcul

La capacité d'absorption d'eau en g d'eau par 100 g de matière sèche est obtenue par la formule :

$$\text{cap.} = \frac{10.000 (n-m)}{(n-m)(100 - V_{1d})} - 100$$

où m = poids du tube vide ;

n = poids du tube rempli avec la matière à analyser "sèche à l'air"

p = poids du tube contenant l'échantillon saturé d'eau;

$V_{1d}$  = teneur en eau de l'échantillon "sèche à l'air".

#### Remarque

Le résultat est arrondi à la dizaine.

Appareil pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau

Apparatuur voor het uitlijken

Appareillage pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau

Appareillage pour l'égouttement

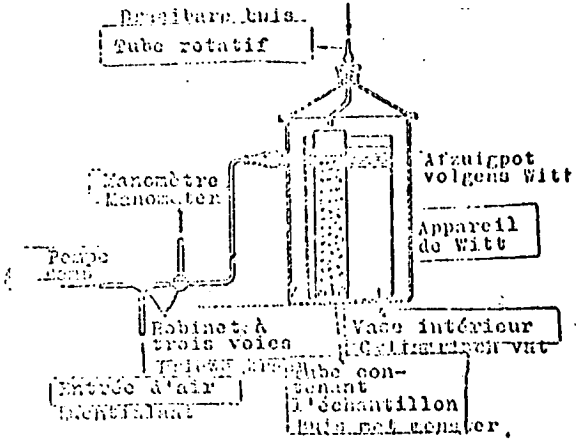


Fig. 1

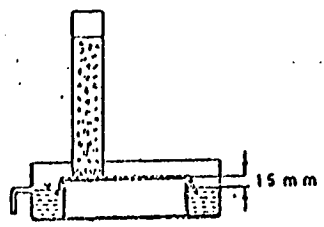


Fig. 2

Bijlage :

BEPALING VAN DE MINERALE FRACTIE  
KLEINER DAN 16 MICRONS (< 16  $\mu$ )  
VOLGENS DE PIPETMETHODE.

1. Principe

Uit een waterige suspensie van een  
achtereenvolgens met  $H_2O_2$  en een  
peptisator behandelde " bepaalde  
beveelheid van het monster wordt,  
na 15 minuten beseitigen, van een  
voorgescherpte van diepte een bepaalde  
beveelheid oppervlakte, ingedampt  
tot droog en gebleid.

Bij de gloei-rest, gecorrigeerd voor de  
toegevoegde peptisator en voor ge-  
bouch water dat tijdens het gloeien  
is ontzeken, wordt de fractie minerale  
delen < 16  $\mu$  berekend.

2. Toepassingsgebied

Veen en potgrond

3. Analyse-materiaal

"Inchdroog" monstermateriaal als voor  
de bepaling van de watercapaciteit  
bij veen (zie daar onder DIV.05.a.2.a.).

4. Apparatuur

Bekerglazen met een hoogte van + 13 cm  
en een diameter van + 10 cm, waarop  
bij 800 ml een merkstreep is aangebracht.  
Geijgde pipet van 50 ml.

Schadecylinders van 1,1 liter met rubber-  
stop waarop bij 1 liter een merkstreep  
is aangebracht; hoogte  $\pm$  40 cm, in-  
wendige diameter 6 cm.

Verscheiden indringehaaltjes van 30  
ml, 35 mm hoog, diameter 60 mm.

Hard penseel voor het reinigen der  
bekerglazen.

Thermometer, op 0,5° C nauwkeurig af  
te lezen.

Chronometer.

Pipet van 20 ml volgens tekening of ge-  
lijkaardige pipet (zie opmerking).

Pipet gefixt met gedemineraliseerd  
water, stevig bevestigd aan een stan-  
dard met behulp van de pipet op 0,1

cm nauwkeurig verticaal over een af-  
stand van ca 20 cm soepel versteld  
te worden.

Waterbad.

Waterbad.

Waterbad.

Waterbad.

Waterbad.

Annexe :

DETERMINATION DE LA FRACTION MINERALE  
INFERIEURE A 16 MICRONS (< 16  $\mu$ ) se-  
lon LA METHODE DITE "A LA PIPETTE".

1. Principe

Une quantité déterminée de l'échantillon,  
traitée respectivement avec de l'eau  
oxygénée et un agent peptisant, est mise  
en suspension dans l'eau; après avoir  
laissé déposer pendant 15 minutes, une  
quantité déterminée est prélevée à la  
pipette à un niveau indiqué, évaporée à  
sec et calcinée.

La fraction des particules minérales  
< 16  $\mu$  est calculée sur la base du  
résidu de calcination, en y apportant  
un correctif pour l'agent peptisant  
ajouté et pour l'eau de réaction, élimi-  
née lors de la calcination.

2. Domaine d'application

Terre de tourbières et terreau.

3. Echantillon destiné à l'analyse

Matière "sèche à l'air" comme pour la  
détermination de la capacité d'absorp-  
tion d'eau de la terre de tourbières  
(voir sous DIV.05.a.2.a.).

4. Appareillage

Béchers d'une hauteur d'environ 13 cm et  
d'un diamètre d'environ 10 cm, pourvus  
d'un trait de jauge au volume de 800 ml.  
Pipette jaugée de 50 ml.

Eprouvettes cylindriques d'agitation  
de 1,1 litre, munis d'un bouchon en  
caoutchouc et pourvus d'un trait de jauge  
au volume de 1 litre; hauteur environ  
40 cm, diamètre intérieur 6 cm.

Capcules d'évaporation en porcelaine de  
30 ml, hauteur 25 mm, diamètre 60 mm.

Pinceau à polis durs pour le nettoyage  
des béchers.

Thermomètre, permettant des lectures à  
0,5° C près.

Chronomètre.

Pipette de 20 ml dont le modèle figure  
au schéma ou pipette similaire (voir ob-  
servation); pipette jaugée à l'eau démi-  
néralisée), fixée à un support gradué de

manière à pouvoir être facilement dépla-  
cée verticalement sur une distance de

30 cm, avec une précision de 0,1 cm.

Pour à bouffe

Bain-marie

Barométrique.

Bain-marie.

5. Reagentia

- 1) Waterstofperoxyde : 30 tot 40 %  $H_2O_2$  chemisch zuiver
- 2) Zoutzuur circa 1 n : 250 ml geconcentreerd HCl mengen met 3 liter gedemineraliseerd water.
- 3) Peptisator : een oplossing van 26,77 g natriumpyrofosfaat ( $Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ ) in 1 liter water.

6. Uitvoeringa. Voorbehandeling

20 gr luchtdroog materiaal wordt nauwkeurig afgewogen en kwantitatief overgebracht in een der beker-glazen van 800 ml; hieraan wordt 25 ml  $H_2O_2$  (reagens 1) toegevoegd, waarbij een zeer hevige reactie kan optreden onder zeer veel schuimontwikkeling; door plaatsen in een bad met koud water en voorzichtig neerspuiten van het schuim met wat gedemineraliseerd water kan overschuimen worden voorkomen. Wanneer de  $H_2O_2$  is uitgewerkt wordt opnieuw 25 ml toegevoegd, waarbij opnieuw zeer veel schuimontwikkeling kan optreden; na het uitwerken hiervan wordt de laatste 25 ml  $H_2O_2$  toegevoegd.

Na een nacht staan, bij voorkeur in een bad met koud water wordt gedemineraliseerd water toegevoegd tot een totaalvolume van + 125 ml en gedurende ongeveer 5 minuten gekookt. Daarna wordt zoveel 1 n HCl (reagens 2) toegevoegd als nodig is voor de neutralisatie van eventueel aanwezig  $CaCO_3$  in het monster (voor ieder %  $CaCO_3$  4 ml 1 n HCl) + 25 ml overnات. Vervolgens wordt met gedemineraliseerd water verdund tot 400 ml en gedurende 15 minuten gekookt. Daarna wordt de wand van het bekerglas met een penseel schoon-gemaakt en de inhoud afgekoeld tot kamertemperatuur; met gedemineraliseerd water aanvullen tot 800 ml en omroeren.

Na een nacht staan wordt van de heldere bovenlaag voorzichtig zoveel mogelijk afgeheveld, waarna weer wordt aangevuld tot 800 ml met gedemineraliseerd water en omgeroerd. Na opnieuw een nacht staan wordt de bovenlaag weer afgeheveld.

5. Réactifs

- 1) Solution d'eau oxygénée : 30 à 40 %  $H_2O_2$  chimiquement pur.
- 2) Acide chlorhydrique environ 1 n : mé-langer 250 ml de HCl concentré avec 3 litres d'eau déminéralisée.
- 3) Agent peptisant : une solution de 26,77 g de pyrophosphate de sodium ( $Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$ ) dans 1 litre d'eau.

6. Technique analytiquea. Traitement préalable

20 g de matière "sèche à l'air" sont pesés exactement et introduits quantitativement dans un des béchers de 800 ml; ajouter 25 ml de  $H_2O_2$  (réactif 1); une réaction très vive avec formation abondante de mousse peut se produire à ce moment; le débordement de la mousse peut être évité en plaçant le bécher dans un bain d'eau froide et en réduisant prudemment la mousse avec des jets d'eau déminéralisée. Après arrêt de la réaction de l' $H_2O_2$ , on ajoute à nouveau 25 ml; une mousse abondante peut à nouveau se former; après arrêt de la réaction les derniers 25 ml de  $H_2O_2$  sont ajoutés. Après avoir laissé reposer pendant une nuit, de préférence dans un bain d'eau froide, on ajoute de l'eau déminéralisée jusqu'à un volume total d'environ 125 ml qui est porté et maintenu à ébullition pendant environ 5 minutes. Ajouter ensuite de l'HCl n (réactif 2) en quantité suffisante pour neutraliser le carbonate de calcium éventuellement présent dans l'échantillon (pour chaque pour-cent de  $CaCO_3$ , 4 ml de HCl n) et ajouter encore 25 ml en excès. On ajoute de l'eau déminéralisée jusqu'à un volume de 400 ml et on maintient à ébullition pendant 15 minutes. Les parois du bécher sont ensuite nettoyées à l'aide d'un pinceau et le contenu est refroidi à la température ambiante; on porte au volume de 800 ml avec de l'eau déminéralisée et on agite.

Après avoir laissé déposer pendant une nuit, le liquide clair suragant est siphonné prudemment; on porte ensuite à nouveau au volume de 800 ml avec de l'eau déminéralisée et on agite. Après avoir laissé déposer encore pendant une nuit, le liquide suragant est à nouveau éliminé par siphonnage.

Vervolgens wordt met de pipet 50 ml. peptisator (reagens 3) toegevoegd en geschokkend. De suspensie wordt verhit tot koken, ongeveer 5 minuten op laagte periodiek gehouden en na enig afkoelen kwantitatief overgespoeld in een schudfles, waarbij het reagens water wordt schoongemaakt met een pipet. De suspensie wordt met gedemineraliseerd water aangevuld tot de cilinder (= 1 liter).

On ajoute 50 ml d'agent peptisant (réactif 3) ensuite à l'aide d'une pipette et on mélange bien le tout. La suspension est alors portée à ébullition et maintenue ainsi pendant environ 5 minutes. Après léger refroidissement, transvaser quantitativement le contenu du bûcher dans une éprouvette cylindrique d'agitation et nettoyer celui-ci à nouveau à l'aide d'un pinceau. La suspension est portée au volume (= 1 litre avec de l'eau déminéralisée).

a. Bepaling van de fractie 1.16  $\mu$ .

De temperatuur van de suspensie wordt tot op eenhalve graad nauwkeurig bepaald. In de tabel (zie punt 8) wordt de bij deze temperatuur behorende diepte, van waar roet worden gepipeteerd, opgezocht. De slibcilinder wordt afgesloten met een goed sluitende rubberstop en goed geschud, waarbij erop geteld moet worden dat het benzineel mengsel door de suspensie wordt verdeeld. Na uitschakelen van de cilinder wordt de chronometer ingedraht. De cilinder wordt voorzichtig onder de pipetopstelling geplaatst en de pipet, waarvan  $K_1$  is gesloten, zo gesteld dat de opening bij het punt S de bovenkant van de suspensie precies raakt. Op de schaal die achter de pipet is aangebracht wordt de stand van de pipet afgelesen. De diepte waarop gepipeteerd moet worden, wordt hierbij opgeteld en de pipet wordt voorzichtig tot de juiste diepte naar beneden gebracht. Na precies 15 minuten wordt kraan  $K_1$  geopend en door middel van de waterstruip pomp wordt de pipet volgevoerd. Zodra de suspensie  $K_1$  is gepusceerd, worden  $K_1$  en  $K_2$  gesloten. De slang wordt van de afzuigflus losgemaakt. De tussengraan  $K_2$  wordt nu zo geopend, dat de overtollige suspensie door D kan aflezen; met iets gedemineraliseerd water uit W wordt F naar voren gebracht. Vervolgens wordt  $K_1$  gesloten. De boven P en de boven B worden afgedraht en de cilinder via D wordt afgelesen. Het water uit W wordt afgelesen en de pipet wordt in een schudfles.

b. Détermination de la fraction 1.16  $\mu$ .

La température de la suspension est déterminée à un demi degré près. A l'aide du tableau (voir point 8) on recherche le niveau, correspondant à cette température. Le prélèvement à la pipette sera effectué à ce niveau. Le cylindre d'agitation est bouché à l'aide d'un bouchon en caoutchouc s'ajustant exactement et bien agité; lors de cette opération veiller à ce que le dépôt soit mélangé de façon homogène dans la suspension. Déclencher le chronomètre après avoir déposé le cylindre. Le cylindre est placé prudemment en dessous de l'échantillon de pipetage, et la pipette, dont le robinet  $K_1$  est fermé, ajustée de telle façon que l'ouverture du point S touche exactement la surface de la suspension. La position de la pipette est lue sur la règle graduée fixée derrière la pipette. On y ajoute la distance du niveau de prélèvement et la pipette est abaissée prudemment jusqu'au niveau exact. Exactement après 15 minutes, le robinet  $K_1$  est ouvert et la pipette est remplie au moyen d'une trompe à eau. Dès que la suspension a dépassé  $K_2$ , les robinets  $K_1$  et  $K_2$  sont fermés. Le raccord A est déconnecté du flacon à vide. Le robinet à deux voies  $K_3$  est ouvert de telle façon que l'excès de suspension peut s'écouler par D; la partie F est rincée avec un peu d'eau déminéralisée provenant de W.  $K_2$  est ensuite ouvert au-dessus de P et  $K_1$  au-dessus de B de sorte que le contenu de la pipette s'écoule via B dans une capsule en porcelaine séchée et pèse préalablement.

De pipet wordt eveneens met iets gedemineraliseerd water uit 7 nagespoeld; ook het spoelwater wordt in het schaalte opgevangen. (Ter verhoging van de snelheid bij seriewerk kan tijdens het aftappen door A met de mond worden geblazen; met het ijk van de pipet is hiermee dan rekening te houden).

Het porseleinen indampschaalte met inhoud wordt op het waterbad drooggedaapt en vervolgens 2 uur gegloeid in de moffeloven bij  $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$ . Na afkoelen in een exsiccator wordt gewogen.

### 7. Berekening

% minerale fractie  $< 16 \mu$  in de droge stof =

$$(a-16) \times 1,064 \times \frac{250}{1000} \times \frac{100}{(100-V_{1d})}$$

waarin :

a = de gewichtsvermeerdering van het schaalte in mg;

16 = correctie in mg van de toegevoegde peptisator, wanneer de pipet van de pipetopstelling precies 20,0 ml inhoud heeft;

1,064 = correctie voor het tijdens het gloeien verdwenen gebonden water (= 6 % in de fractie  $< 16 \mu$ )

250 = verdunningsfactor ;

$V_{1d}$  = vochtgehalte van het luchtdroge monster.

### Opmerking

Indien de pipet van de opstelling een werkelijke inhoud i heeft, dan dient de factor 16 te worden vermenigvuldigd met

$$\frac{i}{20} \text{ en de factor 250 met } \frac{20}{i}$$

La pipette est également rincée avec un peu d'eau déminéralisée prélevée de 7; l'eau de rinçage est également recueillie dans la capsule. (En vue d'augmenter la rapidité des déterminations en série, on peut souffler à travers A lors du soutirage; il y a lieu d'en tenir compte lors du jaugeage de la pipette).

Le contenu de la capsule en porcelaine est évaporé à sec au bain-marie et est ensuite calciné pendant 2 heures dans un four à moufle à  $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$ . On pèse après refroidissement dans un exsiccateur.

### 7. Calcul

% de fraction minérale  $< 16 \mu$  de la matière sèche =

$$(a-16) \times 1,064 \times \frac{250}{1000} \times \frac{100}{(100-V_{1d})}$$

où :

a = augmentation de poids de la capsule en mg;

16 = correction en mg de l'agent peptisant ajouté, lorsque la pipette fixée au support a une contenance d'exactement 20,0 ml;

1,064 = correction pour l'eau de rétention éliminée lors de la calcination (= 6 % de la fraction  $< 16 \mu$ )

250 = facteur de dilution;

$V_{1d}$  = teneur en humidité de l'échantillon "sèche à l'air".

### Remarque

Lorsque la pipette fixée au support a une contenance réelle de i, il y a lieu de multiplier le facteur 16 par

$$\frac{i}{20} \text{ et le facteur 250 par } \frac{20}{i}$$



8. Tabel behorende bij de bepaling van de fractie < 16  $\mu$  volgens de pipetmethode.

Temp.	diepte in cm	Temp.	diepte in cm
10	16,1	18,5	20,2
10,5	16,3	19	20,4
11	16,6	19,5	20,7
11,5	16,8	20	20,9
12	17,0	20,5	21,2
12,5	17,3	21	21,4
13	17,5	21,5	21,7
13,5	17,7	22	22,0
14	18,0	22,5	22,2
14,5	18,2	23	22,5
15	18,4	23,5	22,7
15,5	18,7	24	23,0
16	18,9	24,5	23,2
16,5	19,2	25	23,5
17	19,4		
17,5	19,7		
18	19,9		

Opmerking :

De bezinkings tijd van 15 minuten en de pipettediepte voor de fractie < 16  $\mu$  werd berekend volgens de wet van Stokes, waarbij het s.g. van de fractie op 2,675 werd gesteld en dat van water op 1,00. Voor de viscositeit werd die van zuiver water genomen.

8. Tableau se rapportant à la détermination de la fraction < 16  $\mu$  selon la méthode dite "à la pipette".

Temp.	Profond. en cm	Temp.	Profond. en cm
10	16,1	18,5	20,2
10,5	16,3	19	20,4
11	16,6	19,5	20,7
11,5	16,8	20	20,9
12	17,0	20,5	21,2
12,5	17,3	21	21,4
13	17,5	21,5	21,7
13,5	17,7	22	22,0
14	18,0	22,5	22,2
14,5	18,2	23	22,5
15	18,4	23,5	22,7
15,5	18,7	24	23,0
16	18,9	24,5	23,2
16,5	19,2	25	23,5
17	19,4		
17,5	19,7		
18	19,9		

Remarque :

La durée de sédimentation de 15 minutes et le niveau auquel il y a lieu de prélever à la pipette pour la fraction < 16  $\mu$  ont été calculés selon la loi de Stokes, où le p.s. de la fraction a été fixé à 2,675 et le p.s. de l'eau à 1,00. La viscosité de l'eau pure a été prise en considération.

---

## BENELUX TIJDSCHRIFT

---

In dit tijdschrift worden artikelen gepubliceerd over actuele onderwerpen betreffende de Benelux-samenwerking, alsmede economische en sociale overzichten uit de drie landen.

In een bijlage worden statistische tabellen opgenomen.

De prijs voor een jaarabonnement op dit tweetalig tijdschrift — Nederlands-Frans — bedraagt Fr 250,— of f 17,25 (per nummer Fr 80,— of f 5,50).

Voor de verkoopadressen raadplege men de achterzijde van deze omslag.

---

## REVUE BENELUX

---

Ce Bulletin trimestriel publie des articles traitant de l'actualité de la coopération Benelux ainsi que de sujets économiques et sociaux relatifs aux trois pays.

Une annexe à ce Bulletin publie des tableaux statistiques.

Le prix de l'abonnement annuel à ce bulletin bilingue — français et néerlandais — s'élève à Fr 250,— (le numéro Fr 80,—).

Pour les adresses des bureaux de vente, prière de consulter le dos de la présente couverture.

---

## NIET-PERIODIEKE PUBLIKATIES VAN HET SECRETARIAAT-GENERAAL

---

Het Secretariaat-Generaal geeft ook niet-periodieke publikaties uit o.m. op sociaal, financieel en statistisch gebied. De volledige lijst van de niet-periodieke publikaties is verkrijgbaar op het Secretariaat-Generaal van de Benelux Economische Unie, Regentschapsstraat 39, 1000 Brussel.

---

## PUBLICATIONS NON PERIODIQUES DU SECRETARIAT GENERAL

---

Le Secrétariat général édite également des publications non périodiques traitant notamment de questions sociales, financières et statistiques. La liste complète de ces publications peut être obtenue au Secrétariat général de l'Union économique Benelux, 39, rue de la Régence, 1000 Bruxelles

---

**PRIJZEN**

Het **Benelux-Publikatieblad** kost F 1,—  
(±6,9 cent) per bedrukte bladzijde.

Facturering van abonnementen geschiedt per trimester.

Dit nummer kost f 6,90 of F 100,—.

De volledige verzameling der **Benelux-Basisteksten** (t/m de 100<sup>e</sup> aanvulling, losbladig, in 10 plastic banden) kost f 418,40 of F 6.067,—.

**PRIX**

Le **Bulletin Benelux** coûte F 1,— la page imprimée.

Les abonnements sont facturés par trimestre.

Le présent numéro coûte F 100,—.

La collection complète des **Textes de base Benelux** (y compris le 100<sup>e</sup> supplément, sur feuillets mobiles, 10 reliures en plastic) coûte F 6.067,—.

**KANTOREN voor VERKOOP  
en ABONNEMENTEN :**

*België*

**BELGISCH STAATSBLAD**

Leuvenseweg 40, 1000 Brussel  
Uitsluitend door overschrijving van het verschuldigde bedrag op PCR 000-2005502-27 van het Bestuur van het Belgisch Staatsblad te Brussel.

*Nederland, Luxemburg en  
derde landen*

**STAATSUITGEVERIJ**

Chr. Plantijnstraat, 's-Gravenhage.  
Gironr. 425.300.

**BUREAUX de VENTE  
et d'ABONNEMENTS :**

*Belgique*

**MONITEUR BELGE**

40, rue de Louvain, 1000 Bruxelles.  
Exclusivement par virement au CCP 000-2005502-27 de la Direction du Moniteur belge à Bruxelles.

*Pays-Bas, Luxembourg et  
pays tiers*

**STAATSUITGEVERIJ**

Chr. Plantijnstraat, La Haye (Pays-Bas) Giro n° 425.300.